



TUGAS AKHIR - SF 091321

**DENSIFIKASI KOMPOSIT KERAMIK BERBASIS  
SiO<sub>2</sub>-MgO DENGAN PENAMBAHAN B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>  
PADA TEMPERATUR SINTER 1150°C**

Fahad  
NRP 1109 100 046

Dosen Pembimbing  
Drs. Suminar Pratapa, M.Sc, Ph.D.

Jurusan Fisika  
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Institut Teknologi Sepuluh Nopember  
Surabaya 2014



FINAL PROJECT - SF 091321

## **DENSIFICATION CERAMICS COMPOSITE BASED ON $\text{SiO}_2\text{-MgO}$ WITH ADDITION $\text{B}_2\text{O}_3$ AT SINTERING TEMPERATURE 1150°C**

**Fahad  
NRP 1109 100 046**

**Advisor  
Drs. Suminar Pratapa, M.Sc, Ph.D.**

**Physics Departement  
Faculty Matematics and Natural Science  
Sepuluh Nopember Institute of Technology  
Surabaya 2014**

**Densifikasi Komposit Keramik Berbasis SiO<sub>2</sub>-MgO dengan  
Penambahan B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pada Temperatur Sinter 1150°C**

**TUGAS AKHIR**

Diajukan untuk Memenuhi Salah Satu Syarat Memperoleh

Gelar Sarjana Sains

pada

Bidang Studi Material

Program Studi S-1 Jurusan Fisika

Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Oleh :

Fahad

Nrp. 1109 100 046

**Disetujui oleh Pembimbing Tugas Akhir:**

**Drs. Suminar Pratapa, M.Sc., Ph.D.** .....)

**SURABAYA, 6 FEBRUARI 2014**

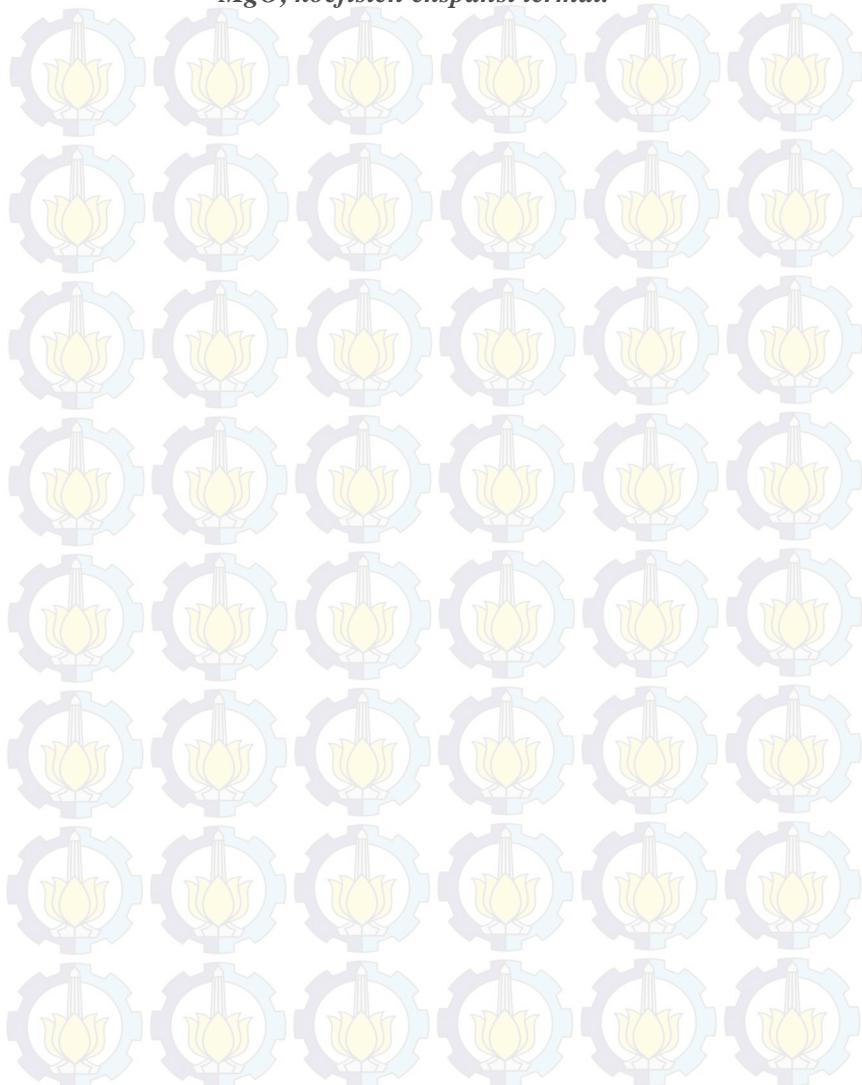
# Densifikasi Komposit Keramik Berbasis $SiO_2$ - $MgO$ dengan Penambahan $B_2O_3$ pada Temperatur Sinter 1150°C

Nama : Fahad  
NRP : 1109 100 046  
Jurusan : Fisika FMIPA-ITS  
Pembimbing : Drs. Suminar Pratapa, M.Sc., Ph.D.

## Abstrak

Komposit keramik berbasis  $SiO_2$ - $MgO$  menggunakan pasir Tanah Laut sebagai bahan baku dengan penambahan variasi  $B_2O_3$  telah berhasil disintesis. Tujuan penambahan  $B_2O_3$  adalah untuk meningkatkan densitas dan mereduksi porositas. Komposit dibuat dengan cara mencampurkan serbuk pasir Tanah Laut dan  $MgO$  dengan penambahan massa  $B_2O_3$  sebesar 0%, 4,8%, dan 9,1% (berat) diaduk menggunakan mortar selama 30 menit. Campuran serbuk dicetak dalam bentuk pelet silinder dengan tekanan 4500 N kemudian disinter pada temperatur 1150°C untuk membentuk komposit keramik padat. Identifikasi fasa dilakukan menggunakan X-Ray Diffractometer (XRD). Data XRD dianalisis secara kualitatif menggunakan Match!2 dan secara kuantitatif menggunakan Rietica. Hasil analisis data XRD menunjukkan bahwa pada temperatur sinter 1150°C tanpa  $B_2O_3$  fasa yang ditemukan adalah kuarsa, forsterit dan enstatit. Sedangkan pada penambahan 4,8% dan 9,1%  $B_2O_3$  fasa yang ditemukan kuarsa dan protoenstatit. Penyusutan maksimum diameter sekitar 5,4% yaitu pada penambahan 9,1%  $B_2O_3$ . Densitas dan porositas komposit diukur dengan prinsip Archimedes. Nilai porositas komposit tanpa  $B_2O_3$  sekitar 40% dan densitasnya  $1,7 \text{ g/cm}^3$ . Sedangkan pada penambahan 4,8% dan 9,1%  $B_2O_3$  porositasnya bernilai 20% dan 17%, sedangkan densitasnya adalah  $1,9 \text{ g/cm}^3$  dan  $1,9 \text{ g/cm}^3$ . Koefisien ekspansi termal (KET) berdasarkan pengujian TMA (Thermo Mechanical Analyzer) sampel-sampel komposit tersebut bernilai berturut-turut, 12,0; 9,0; dan  $9,3 \times 10^{-6} \text{ ppm}/^\circ\text{C}$ .

**Kata Kunci:**  $B_2O_3$ , densitas, komposit keramik, porositas,  $SiO_2$ - $MgO$ , koefisien ekspansi termal.



# Densification Composite Ceramics Based On SiO<sub>2</sub>-MgO with Addition B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> at Sintering Temperature 1150°C

By

: Fahad

Student Identity : 1109 100 046

Department : Physics FMIPA-ITS

Advisor : Drs. Suminar Pratapa, M.Sc., Ph.D.

## Abstract

Ceramic composites based on natural SiO<sub>2</sub> sand and MgO synthetic powder with addition of B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> have been successfully synthesized. The aim of the addition was to increase density and decrease porosity, but leaving the other properties remain the same. Composites were made by mixing Tanah Laut sand powder and MgO with addition of B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 0%; 4,8%; and 9,1% by weight using a mortar for 30 minutes. The mixed powders were compacted in the form of cylindrical pellets at a of pressure 4500N after which were sintered at temperature of 1150°C to form dense ceramic composites. The samples were characterised for their phase composition using X-Ray Diffractometer (XRD). The diffraction data were qualitatively analyzed using Match!2 software and quantitatively using Rietica sofware based on Rietveld method. Sintered sample without B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> comprised quartz, forsterite and enstatite while the B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-added samples consisted of quartz and protoenstatite. The maximum diametric shrinkage was approximately 5,4% at 9,1% after the addition of B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. The density and porosity of the composites were measured by Archimedes principle. The porosity and the density of the composite without B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> was approximately 40% and 1,7 g/cm<sup>3</sup>. The addition of B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> significantly reduced the porosity up to 20 and 17% for the 4,8% and 9,1% B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> samples. The coefficient of thermal expansion (CTE) of the composites were ranging from 9,0-12,0 × 10<sup>6</sup> ppm/°C.

**Keywords:** B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, density, ceramic composite, porosity, SiO<sub>2</sub>-MgO thermal expansion coefficient

## DAFTAR ISI

Halaman Judul .....	i
Lembar Pengesahan .....	iii
Abstrak .....	v
Daftar Isi .....	vii
Kata Pengantar .....	ix
Daftar Gambar .....	xi
Daftar Tabel .....	xiii
Daftar Lampiran .....	xv
<b>BAB I PENDAHULUAN .....</b>	<b>1</b>
1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Perumusan Masalah .....	2
1.3 Batasan Masalah .....	3
1.4 Tujuan Penelitian .....	3
1.5 Manfaat Penelitian .....	3
1.6 Sistematika Penulisan .....	4
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA .....</b>	<b>5</b>
2.1 Keramik Berbasis Silika .....	5
2.2 Sifat Termal Keramik .....	10
<b>BAB III METODOLOGI PENELITIAN .....</b>	<b>13</b>
3.1 Desain Penelitian .....	13
3.2 Sintesis Material .....	13
3.3 Karakterisasi Pasir SiO <sub>2</sub> -MgO .....	14
3.3.1 Pengujian XRD ( <i>X-Rays Diffraction</i> ) .....	14
3.3.2 Pengujian Ekspansi Termal .....	15
3.3.3 Pengukuran Sifat Fisik .....	15
3.3.4 Pengujian Mikrografi .....	16
3.4 Analisis Kualitatif .....	17
3.5 Analisis Kuantitatif dengan Metode Rietveld .....	17
3.6 Diagram Alir Penelitian .....	19
<b>BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN .....</b>	<b>21</b>

4.1	Penyiapan Sampel .....	21
4.2	Analisis Kualitatif .....	25
4.3	Analisis Kuantitatif .....	32
4.3	Analisis Sifat Fisik .....	27
4.3.1	Dimensi .....	27
4.3.2	Porositas dan Densitas .....	28
4.4	Analisis Mikrografi .....	29
4.5	Analisis Ekspansi Termal .....	30
<b>BAB V</b>	<b>KESIMPULAN DAN SARAN.....</b>	<b>33</b>
5.1	Kesimpulan .....	33
5.2	Saran .....	34
<b>DAFTAR PUSTAKA .....</b>	<b>35</b>	
<b>LAMPIRAN .....</b>	<b>37</b>	

## DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Struktur kristal $\text{SiO}_2$ .....	6
Gambar 2.2 Model pola terhitung difraksi sinar-x (radiasi Cu-K $\alpha$ ) $\text{SiO}_2$ .....	6
Gambar 2.3 Struktur kristal $\text{MgO}$ .....	7
Gambar 2.4 Model pola terhitung difraksi sinar-x (radiasi Cu-K $\alpha$ ) $\text{MgO}$ .....	7
Gambar 2.5 Diagram fasa $\text{MgO}$ - $\text{SiO}_2$ .....	9
Gambar 2.6 Diagram perubahan fasa pada $\text{MgSiO}_3$ .....	10
Gambar 4.1 Pasir Tanah Laut setelah dicuci dan diseparasi dengan magnet .....	21
Gambar 4.2 Hasil pengujian EDX sampel pasir Tanah Laut setelah pemurnian (pencucian-separasi magnet-penggilingan-pengayakan yang dilakukan berulang) .....	22
Gambar 4.3 Pola-pola difraksi sinar-x (radiasi Cu-K $\alpha$ ) dari pasir Tanah Laut awal dan setelah pemurnian.....	23
Gambar 4.4 Pola-pola difraksi sinar-x (radiasi Cu-K $\alpha$ ) dari serbuk aditif $\text{MgO}$ dan $\text{B}_2\text{O}_3$ .....	23
Gambar 4.5 Pola-pola difraksi sinar-x (radiasi Cu-K $\alpha$ ) campuran pasir $\text{SiO}_2$ - $\text{MgO}$ dengan penambahan $\text{B}_2\text{O}_3$ .....	24
Gambar 4.6 Hasil sinter keramik komposit $\text{SiO}_2$ - $\text{MgO}$ dengan temperatur 1150°C.....	24
Gambar 4.7 Pola-pola difraksi sinar-x (radiasi Cu-K $\alpha$ ) keramik komposit $\text{SiO}_2$ - $\text{MgO}$ dengan penambahan $\text{B}_2\text{O}_3$ tersinter 1150°C .....	25
Gambar 4.8 Pola-pola difraksi sinar-x (radiasi Cu-K $\alpha$ ) keramik komposit $\text{SiO}_2$ - $\text{MgO}$ dengan penambahan $\text{B}_2\text{O}_3$ tersinter 1150°C .....	29

## **DAFTAR TABEL**

Tabel 2.1	Koefisien ekspansi termal berbagai macam fasa ..	11
Tabel 4.1	Nilai parameter kecocokan hasil penghalusan pola difraksi komposit keramik $\text{SiO}_2\text{-MgO}$ temperatur sinter $1150^\circ\text{C}$ dengan penambahan $\text{B}_2\text{O}_3$ 0%, 4,8%, dan 9,1% menggunakan metode rietveld .....	27
Tabel 4.2	Dimensi silinder pada proses sinter temperatur $1150^\circ\text{C}$ .....	27
Tabel 4.3	Densitas dan porositas sampel-sampel komposit dengan sinter pada temperatur $1150^\circ\text{C}$ .....	28
Tabel 4.4	Perbandingan nilai KET berdasarkan pengujian TMA pada temperatur $25^\circ\text{C}-1000^\circ\text{C}$ dan metode <i>RoM</i> untuk sampel komposit pada temperatur sinter $1150^\circ\text{C}$ .....	31

## BAB I

### PENDAHULUAN

#### 1.1 Latar Belakang

Indonesia memiliki cadangan bahan baku pasir alam yang melimpah, terutama di daerah pantai. Namun demikian, penggunaan bahan baku pasir alam hingga saat ini masih belum optimal dan masih terdapat potensi pasar yang terbuka lebar, sehingga perlu adanya solusi untuk memanfaatkan dan meningkatkan nilai ekonomis pasir alam. Dalam kajian sebelumnya, pasir alam memiliki kandungan silika yang cukup tinggi, sehingga dimunculkan gagasan untuk memanfaatkan pasir alam sebagai bahan dasar pembuatan *seal fuel cell*.

Pasir alam merupakan material yang terbentuk secara alamiah dan memiliki komposisi yang kompleks. Dalam penggunaannya, material alam yang kompleks memiliki sifat-sifat yang sulit untuk dikendalikan karena komposisi fasa penyusunnya yang tidak dapat diprediksi. Maka dari itu, perlu dilakukan beberapa pengujian dan karakterisasi pasir alam untuk mempelajari lebih jauh mengenai potensi pasir alam sebagai bahan dasar *seal fuel cell*.

*Seal*, salah satu komponen *fuel cell*, berperan sebagai pengikat tumpukan *cell*, pencegah percampuran gas pada anoda dan katoda, penyekat aliran listrik, penstabil panas selama proses operasi *fuel cell*. Syarat dari bahan *seal* ini adalah memiliki nilai ekspansi termal  $9.5\text{--}12.0 \times 10^{-6}\text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$ , tahan terhadap vaporisasi dan perubahan komposisi selama proses oksidasi dan reduksi pada rentang suhu operasi  $650\text{--}900\text{ }^{\circ}\text{C}$ , tahan terhadap tekanan dinamis dan statis selama proses operasi, resistivitas listrik sebesar  $\geq 10^4\text{ }\Omega\text{ cm}$  pada temperatur operasi, dan tahan terhadap perubahan tekanan 14–35 kPa. Salah satu jenis *Seal fuel cell* berasal dari bahan keramik dengan penambahan bahan aditif golongan alkali dan alkali tanah, dengan proses penggerjaan yang rumit (Mahapatra and Lu, 2010b).

Berdasarkan penelitian sebelumnya (Hakim dan Istiqomah 2013) yang menggunakan bahan komposit keramik berbasis  $\text{SiO}_2\text{-MgO}$ , dengan  $\text{SiO}_2$  berasal dari pasir silika Bancar, Tuban, sudah bisa memenuhi beberapa kriteria sifat fisis untuk digunakan sebagai *seal fuel cell*. Namun, ada salah satu aspek yang belum terpenuhi, yaitu porositas yang masih cukup besar – lebih besar daripada 30% . Oleh karena itu dalam penelitian ini digunakan bahan aditif  $\text{B}_2\text{O}_3$  untuk menurunkan porositasnya. Dalam penelitian ini akan dilakukan karakterisasi pasir Tanah Laut, Kalimantan Selatan yang selanjutnya akan ditambahkan 10%  $\text{MgO}$  (Aristia, 2013), variasi penambahan aditif  $\text{B}_2\text{O}_3$  dan disinter pada 1150°C. Kemudian pada fasa terhadap sampel-sampel uji yang disintesis dilakukan analisis komposisi serta pengujian sifat fisis dan ekspansi termal.

## 1.2 Perumusan Masalah

Perumusan masalah dari penelitian tugas akhir ini adalah:

- a. Apa sajakah kandungan unsur dari pasir Tanah Laut? Bagaimana “memurnikan” pasir Tanah Laut untuk mendapatkan kadar silika yang tinggi?
- b. Bagaimana komposisi fasa komposit keramik berbasis  $\text{SiO}_2\text{-MgO}$  dengan variasi penambahan aditif  $\text{B}_2\text{O}_3$  sinter pada 1150°C ?
- c. Bagaimana karakteristik sifat fisis dan ekspansi termal komposit keramik berbasis  $\text{SiO}_2\text{-MgO}$  dengan variasi penambahan aditif  $\text{B}_2\text{O}_3$  pada temperatur 1150°C ?

### 1.3 Batasan Masalah

Batasan masalah pada penelitian tugas akhir ini terfokus pada identifikasi unsur pada pasir tanah laut, pemurnian silika pada pasir tanah laut, komposisi fasa komposit  $\text{SiO}_2\text{-MgO}$  dengan variasi  $\text{B}_2\text{O}_3$ , densitas, porositas dan nilai koefisien ekspansi termal yang disinter pada temperatur  $1150^\circ\text{C}$ .

### 1.4 Tujuan Penelitian

Penelitian ini bertujuan sebagai berikut :

- a. Mengetahui kandungan unsur pada pasir Tanah Laut dan memurikannya.
- b. Mengetahui komposisi fasa komposit keramik berbasis  $\text{SiO}_2\text{-MgO}$  dengan variasi penambahan aditif  $\text{B}_2\text{O}_3$  pada temperatur  $1150^\circ\text{C}$ .
- c. Mengetahui nilai porositas dan koefisien ekspansi termal komposit keramik berbasis  $\text{SiO}_2\text{-MgO}$  dengan variasi penambahan aditif  $\text{B}_2\text{O}_3$  pada temperatur  $1150^\circ\text{C}$ .

### 1.5 Manfaat Penelitian

Hasil penelitian Tugas Akhir ini bermanfaat bagi berbagai pihak yaitu penulis, pembaca, laboratorium, institut dan industri. Penulis dapat mengembangkan kemampuannya dalam bekerja di laboratorium sehingga dapat menganalisa dan mencari alternatif suatu masalah, serta menghasilkan suatu penelitian. Bagi pembaca, penelitian ini memberikan wawasan baru mengenai potensi penggunaan pasir silika sebagai bahan dasar *seal fuel cell*. Selain itu, penelitian ini memberikan peluang untuk lebih memanfaatkan bahan alam di wilayah Indonesia yang masih belum termanfaatkan dan juga membantu motivasi pembaca untuk lebih kreatif dalam memanfaatkan potensi alam yang tersedia sehingga dapat identifikasi dan mengkarakteristik kandungan pasir silika sebagai bahan dasar *seal fuel cell*, sehingga nantinya dapat dikembangkan dan bermanfaat baik bagi laboratorium maupun institut. Jika diaplikasikan dalam industri,

penelitian ini akan bermanfaat untuk mengembangkan teknologi *fuel cell* yang lebih ekonomis.

## 1.6 Sistematika penulisan

Sistematika penulisan tugas akhir ini tersusun atas Bab I yaitu pendahuluan yang terdiri atas latar belakang, perumusan masalah, batasan masalah, tujuan penelitian, manfaat penelitian dan sistematika penulisan. Bab II yaitu tinjauan pustaka yang digunakan sebagai bahan acuan pelaksanaan penelitian tugas akhir. Bab III mengenai metodologi penelitian yang memaparkan proses kerja yang dilaksanakan selama penelitian tugas akhir. Bab IV yaitu analisis data dan pembahasan hasil penelitian yang telah dilakukan. Bab V berisi kesimpulan dan saran.

## BAB II

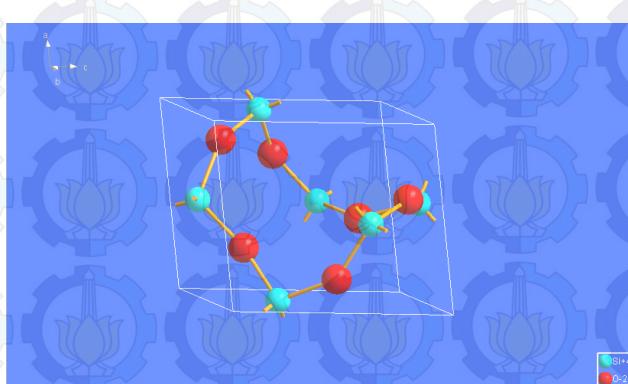
### TINJAUAN PUSTAKA

#### 2.1 Keramik Berbasis Silika

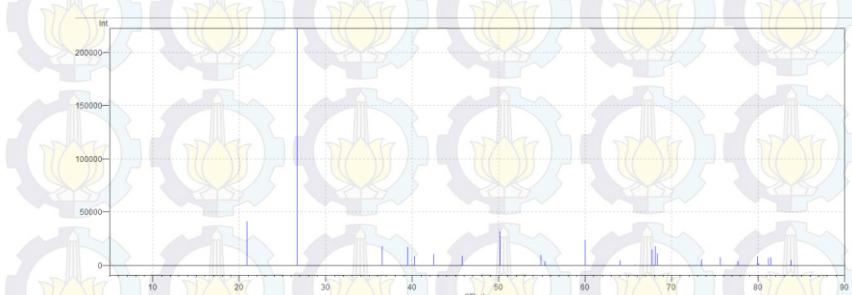
Keramik adalah campuran bahan logam dan non logam yang memiliki ikatan ionik. Keramik secara tradisional berdasar pada mineral oksida, seperti hidroksida, karbonat, sulfida, halida, phospat dll. Mineral-mineral ini merupakan gabungan dari sebagian besar unsur yang ada dipermukaan bumi ini. Bagaimanapun juga, berkenaan dengan keunggulan oksigen dalam kerak bumi, hampir setengah unsur yang telah dikenali terjadi secara normal sebagai oksida, biasanya oksida kompleks seperti silikat. Struktur silikat meliputi sejumlah besar unsur-unsur dalam tabel periodik.

Di alam silika atau dikenal sebagai silikon dioksida ( $\text{SiO}_2$ ) merupakan senyawa kimia yang banyak terdapat dalam bahan galian pasir kuarsa, yang terdiri dari kristal-kristal silika ( $\text{SiO}_2$ ) dan mengandung beberapa senyawa pengotor seperti  $\text{CaO}$ ,  $\text{K}_2\text{O}$ ,  $\text{TiO}_2$ , yang terbawa selama proses pengendapan. Pasir kuarsa mempunyai komposisi gabungan dari  $\text{SiO}_2$  dan pengotornya yang memiliki kecenderungan berwarna putih bening atau warna lain bergantung pada senyawa pengotornya (Widodo, 2011).

Silika ( $\text{SiO}_2$ ) memiliki struktur *polimorf* salah satunya yakni kuarsa (Basu and Balani, 2011; Chiang et al., 1996). Kuarsa merupakan kandungan yang paling banyak di alam. Bentuk struktur kristalnya berupa trigonal dan terbentuk pada suhu  $< 846$  K. Kuarsa memiliki titik leleh sebesar 1873-1998 K dan densitasnya sebesar  $2,648 \text{ g/cm}^3$ . Nilai koefisien ekspansi termal kuarsa sebesar  $11,2 \text{ ppm}/^\circ\text{C}$  (Mahapatra and Lu, 2010a). Contoh bentuk struktur kuarsa dan pola difraksi sinar-X ditunjukkan pada gambar berikut.



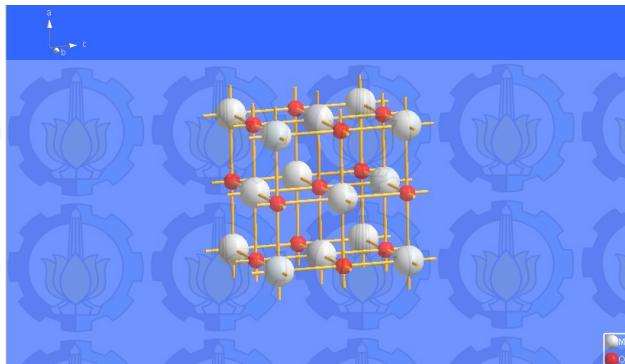
Gambar 2.1 Struktur kristal  $\text{SiO}_2$ .



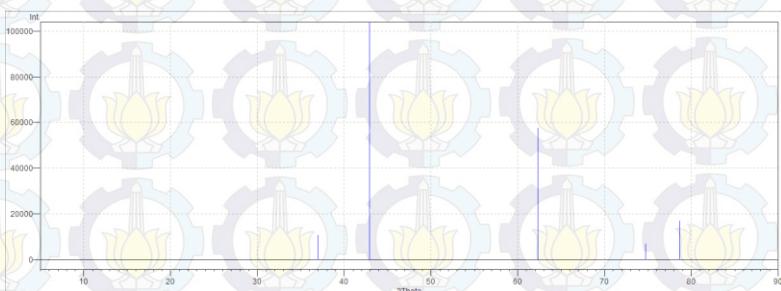
Gambar 2.2 Model pola terhitung difraksi sinar-x (radiasi Cu-K $\alpha$ )  $\text{SiO}_2$ .

Magnesium Oksida ( $\text{MgO}$ ) merupakan bahan padat berwarna putih dan bersifat higroskopis di alam, termasuk kedalam logam oksida alkali tanah. Memiliki densitas sebesar  $3,58 \text{ g/cm}^3$ , memiliki titik leleh tinggi (~ $2850^\circ\text{C}$ ), memiliki nilai koefisiensi termal  $13,5 \times 10^{-6}/^\circ\text{C}$  (Mahapatra and Lu, 2010a).

Penambahan periklas ( $\text{MgO}$ ) pada Pasir silika dimaksudkan untuk menaikkan dan menstabilkan nilai koefisiens termal pada komposit keramik yang berkisar antara  $9\text{-}12,5 \text{ ppm}/^\circ\text{C}$ .



Gambar 2.3 Struktur kristal MgO.



Gambar 2.4 Model pola terhitung difraksi sinar-x (radiasi Cu-K $\alpha$ ) MgO.

Pencampuran ini menyebabkan akan timbul fasa baru yang memiliki sifat dan karakteristik yang berbeda. Fasa baru tersebut terbentuk seiring adanya pemanasan dan variasi jumlah fraksi massa yang akan ditambahkan untuk masing-masing silinder (pelet).

Dalam pembuatan keramik perlu dilakukan beberapa proses yaitu :

a. Pencampuran (*mixing*)

Proses ini penting dilakukan untuk mendapatkan campuran material bahan baku keramik dengan pengaturan komposisi dan ukuran butir hingga homogen. Selain itu

proses ini juga dapat meningkatkan densitas dari keramik dan juga mengurangi porositas yang terdapat dalam keramik tersebut. Metode pencampuran yang dilakukan dalam penelitian ini menggunakan mortar diaduk selama 30 menit.

b. Tahapan Kompaksi

Proses selanjutnya merupakan proses pembentukan dengan cara menekan serbuk material. Penekanan merupakan suatu proses dimana serbuk keramik dimasukkan dalam suatu wadah berongga dengan bentuk tertentu dan ditekan dalam arah uniaksial sehingga serbuk akan mengalami konsolidasi dan memiliki bentuk yang sesuai dengan cetakannya. Proses ini juga disebut penekanan kering atau kompaksi uniaksial.

c. Sinter

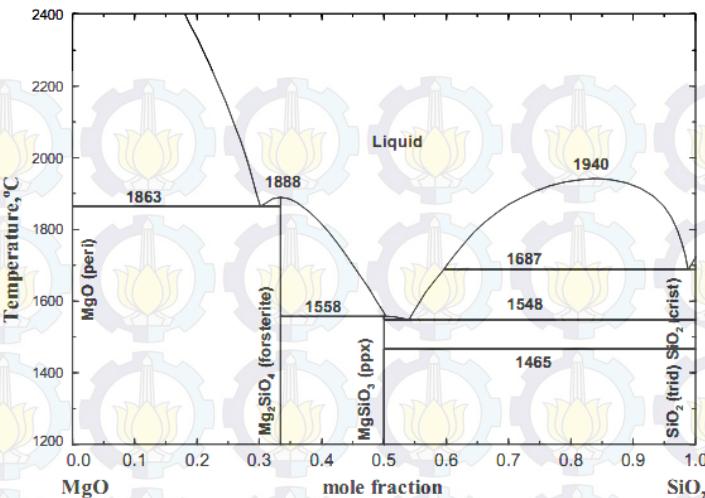
Proses sinter adalah suatu proses pemanatan dari sekumpulan serbuk pada suhu tinggi mendekati titik leburnya hingga terjadi perubahan struktur mikro seperti pengurangan jumlah dan ukuran pori, pertumbuhan butir, peningkatan densitas dan penyusutan. Proses sinter keramik ada beberapa tahapan yaitu.

Tahapan awal, pada tahap ini partikel-partikel keramik akan saling kontak setelah proses pencetakan. Di sini serbuk dalam keadaan bebas.

Tahapan mulai sinter adalah tahap pembentukan ikatan, dimana sinter mulai berlaku dan permukaan kontak kedua partikel semakin lebar. Perubahan ukuran butiran maupun pori belum terjadi.

Tahapan pertengahan sinter merupakan tahap antar pembentukan batas butiran.

Tahapan akhir sinter, pada tahap ini terjadi densifikasi dan eliminasi pori sepanjang batas butir, yaitu terjadi pembesaran ukuran butiran sampai kanal-kanal pori tertutup dan sekaligus terjadi penyusutan butiran, dan terbentuklah fasa baru.



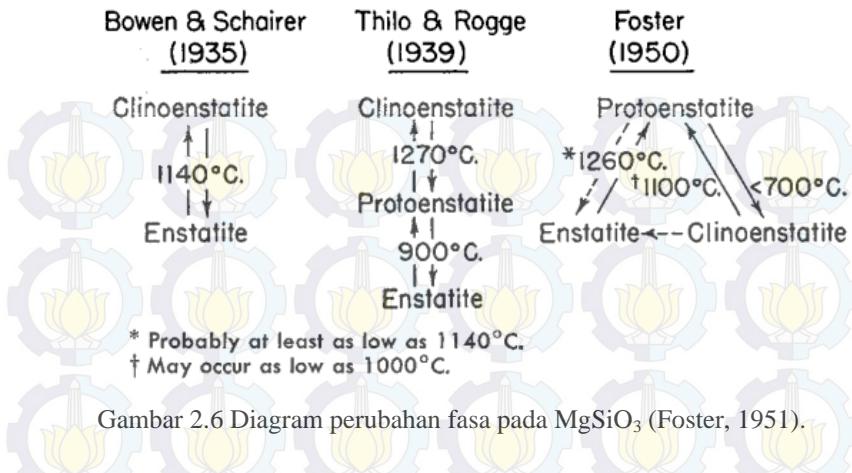
Gambar 2.5 Diagram fasa MgO-SiO<sub>2</sub> (Jung et al., 2005).

Pada diagram fasa MgO dan SiO<sub>2</sub> di atas terdapat fasa baru hasil reaksi antara MgO dan SiO<sub>2</sub>. Gambar 2.5 fasa hasil reaksi yang terbentuk adalah forsterit (Mg<sub>2</sub>SiO<sub>4</sub>), magnesium silikat (MgSiO<sub>3</sub>) terbentuk pada temperatur diatas 1.200°C.

Forsterit mulai terbentuk pada temperatur 800°C (Song et al., 2008). dengan kuarsa pada pemanasan yang tinggi membuat kedua mineral bereaksi dan membentuk magnesium silikat (MgSiO<sub>3</sub>) mineral dengan rumus berikut:



Magnesium silikat memiliki struktur kristal polimorf yaitu enstatit, klinoenstatit, dan protoenstatit. Penjelasan pembentukannya digambarkan pada gambar 2.6.



Gambar 2.6 Diagram perubahan fasa pada  $\text{MgSiO}_3$  (Foster, 1951).

Pembuatan komposit keramik berbasis silika diharapkan memiliki porositas yang kecil agar dapat memenuhi syarat sebagai *seal fuel cell*. Salah satu jenis material aditif yang berfungsi sebagai penutup porositas adalah  $\text{B}_2\text{O}_3$  karena bahan keramik tersebut memiliki titik leleh yang rendah sebesar  $450^\circ\text{C}$  (WANG et al., 2010) sehingga diharapkan lelehan tersebut dapat menutup pori-pori yang ada dalam komposit tersebut selama proses sinter. Selain itu  $\text{B}_2\text{O}_3$  bersifat sebagai penurun titik leleh pada material komposit sehingga dapat mempercepat reaksi perubahan fasa pada material yang memiliki fasa polimorf.

## 2.2 Sifat Termal Keramik

Sifat termal dapat diketahui dengan menghitung nilai Koefisien ekspansi termal (KET). KET didefinisikan sebagai fraksi peningkatan volum zat per derajat peningkatan suhu. Hukum Charles memperlihatkan bahwa koefisien ini sama untuk semua gas dan besarnya  $1/273,15 \text{ } (\text{ }^\circ\text{C})^{-1}$  pada  $0^\circ\text{C}$ . Pada kondisi material padatan yang memiliki bentuk 3 dimensi, jika dipanaskan atau didinginkan akan mengalami perubahan volum dan panjang. Perubahan panjang dapat dituliskan sebagai berikut.

$$\frac{l_f - l_o}{l_o} = \alpha_i (T_f - T_o)$$

$$\frac{\Delta l}{l_o} = \alpha_i \Delta T$$

$$\alpha_i = \frac{1}{l} \left( \frac{\Delta l}{\Delta T} \right) \quad (2.2)$$

Nilai  $l_f, l_o$  adalah panjang akhir dan panjang mula-mula sampel akibat perubahan temperatur dari  $T_o$  ke  $T_f$ ,  $\alpha_i$  adalah koefisien ekspansi termal dengan satuan  $\mu\text{m}/\text{m K}$  atau  $10^{-6} \text{ K}$  (Young dan Freedman, 2004).

$$\frac{\Delta V}{V_o} = \alpha_V \Delta T \quad (2.3)$$

Nilai  $\Delta V$  dan  $V_o$  adalah perubahan volume dan volume mula-mula.  $\alpha_V$  adalah koefisien ekspansi termal volum. Nilai  $\alpha_V$  anisitropik tergantung pada arak kristalografi pengukurannya. Pada material yang isotropik nilai  $\alpha_V$  adalah  $3\alpha_i$ .

Pencampuran dari komposit keramik berbasis pasir  $\text{SiO}_2$ - $\text{MgO}$  memiliki nilai koefisien termal berbeda dari setiap fasa yang terbentuk. Kuarsa ( $\text{SiO}_2$ ), periklas ( $\text{MgO}$ ), forsterit ( $\text{Mg}_2\text{SiO}_4$ ), enstatit ( $\text{MgSiO}_3$ ), dan protoenstatit ( $\text{MgSiO}_3$ ) memiliki nilai koefisiensi termal yang dapat ditunjukkan sebagai berikut. Kemudian bagaimanakah sifat termal keramik berbasis silika tersebut jika ditambah dengan aditif  $\text{B}_2\text{O}_3$ .

Tabel 2.1 Koefisien ekspansi termal berbagai macam fasa (Mahapatra and Lu, 2010b).

Fasa	Formula	KET (ppm/ $^{\circ}\text{C}$ )
Kuarsa	$\text{SiO}_2$	11,2
Enstatit	$\text{MgSiO}_3$	12
Klinoesntatit	$\text{MgSiO}_3$	13,5
Protoenstatit	$\text{MgSiO}_3$	9,8
Forsterit	$\text{Mg}_2\text{SiO}_4$	9,4

Periklas	MgO	13,5
----------	-----	------

Maka hal ini akan diuji menggunakan TMA (*Thermo Mechanical Analysis*). TMA merupakan alat untuk mengukur dimensi sampel (panjang atau volume) sebagai fungsi dari temperatur. Koefisien ekspansi termal dapat ditentukan dari perubahan ukuran terhadap suhu dan waktu yang diamati. Karakteristik material lainnya yang dapat ditentukan dari TMA adalah modulus elastisitas dan transisi glas sampel dengan pemberian tegangan pada sampel ketika proses kenaikan suhu. Beberapa sampel akan rusak pada tegangan tertentu sehingga pada keadaan ini sampel mengalami transisi glas (Haines, 2002; Riga dan Neag, 1991).

Sampel diletakkan dalam tungku yang terdapat probe untuk mengukur perubahan panjang sampel, biasanya digunakan tranduser LVTD (*Linear Variable Displacement Transducer*). Probe dan pedukungnya terbuat dari material kaca kuarsa yang memiliki koefisien ekspansi termal yang rendah, konduktivitas termal yang rendah yang membantu untuk mengisolasi kesensitifan transduser terhadap perubahan suhu dalam tungku. Termokopel yang diletakkan didekat sampel sebagai penunjuk temperatur. Sampel juga dialiri gas inert untuk mencegah terjadinya oksidasi. Beban yang diberikan pada sampel dapat berupa beban statis maupun beban dinamis sesuai dengan kebutuhan dan jangkauan pembebangan sampel (Menard, 1999).

## BAB III

### METODE PENELITIAN

#### 3.1 Desain Penelitian

Keramik komposit dalam penelitian ini dibuat dengan mencampurkan  $\text{SiO}_2$  yang didapat dari pasir Tanah Laut, Kalimantan Selatan dan serbuk  $\text{MgO}$  (Merck). Pada penelitian ini akan diamati pengaruh temperatur sinter pada sifat fisis dari komposit (diameter, porositas dan densitas), komposisi fasa dan koefisien ekspansi termal komposit. Tahapan-tahapan yang dilakukan pada penelitian ini adalah penyiapan sampel berupa pelet dengan komposisi variasi penambahan massa  $\text{B}_2\text{O}_3$  0%, 5%, dan 10%, disinter pada temperatur  $1150^\circ\text{C}$  serta pengujian porositas dan densitas. Sampel yang telah disinter dilakukan karakterisasi dengan menggunakan uji difraksi sinar-x di Laboratorium Difraksi Sinar-X RC (*Research Center*) LPPM ITS, dan pengujian ekspansi termal dengan *Thermo Mechanical Analyser* (TMA) di Laboratorium Studi Energi dan Rekayasa ITS.

Bahan yang dipersiapkan dalam penelitian ini adalah pasir silika Tanah Laut, serbuk  $\text{MgO}$ , serbuk  $\text{B}_2\text{O}_3$ , polivinil alkohol (PVA), alkohol, dan aquades. Alat yang digunakan adalah neraca digital untuk mengukur densitas dan porositas, *furnace Carbolite RHF1400* untuk melakukan proses sinter sampai temperatur  $1150^\circ\text{C}$ , mortar untuk pencampuran serbuk-serbuk, alat kompaksi dan cetakan silinder untuk membuat pelet komposit berdiameter 13,3 mm serta alat dasar laboratorium untuk menunjang proses sintesis. Analisa identifikasi fasa pola difraksi dengan menggunakan perangkat lunak *Match!2* dan analisa kuantitatif dengan menggunakan perangkat lunak *Rietica*.

#### 3.2 Sintesis Material

Pasir silika dari Tanah Laut, Kalimantan Selatan tersebut kemudian dicuci dengan aquades agar pengotor yang melekat dapat dihilangkan, kemudian disaring dan dikeringkan dibawah bolam 60 watt dengan suhu  $\pm 80^\circ\text{C}$  selama 1 hari. Setelah kadar

air hilang, dipisahkan kadar pengotor yang terdapat dalam pasir silika dengan menggunakan magnet permanen.

Proses penggilingan basah pasir alam dilakukan dengan tujuan untuk memperkecil ukuran partikel pasir tersebut sehingga lebih mudah ditekan dan dicetak. Proses penggilingan dilakukan dengan alat *Fritsch Planetary Ball Mill*, kecepatan 150 putaran per menit selama 1 jam menggunakan bola zirconia dengan *ball to powder (bpr)* 6:1 melalui media alkohol. Kemudian, pasir dikeringkan dengan temperatur 80°C sampai kering, lalu dilakukan pengujian EDX untuk mengetahui unsur-unsur yang terkandung di dalamnya. Setelah itu pasir diayak dengan menggunakan ayakan 120 mesh untuk menghomogenkan ukuran partikelnya yang kemudian dipisahkan kembali kadar pengotor yang terdapat dalam pasir silika dengan menggunakan magnet permanen, lalu di uji EDX kembali untuk membandingkan perbedaan hasilnya. Hasil pengujian ini menjadi dasar untuk analisis komposisi fasa.

Pembuatan komposit dilakukan dengan mencampurkan serbuk MgO dan variasi B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dalam pasir silika. Agar terjadi ikatan setelah proses kompaksi maka ditambahkan PVA sebanyak 3% ke dalam campuran. Proses pencampuran dilakukan dengan mengaduk sampel dengan mortar selama 30 menit agar distribusi campuran merata.

Selanjutnya serbuk yang telah tercampur dibentuk menjadi pelet dengan diameter 1,33 mm. Serbuk dikompaksi dengan beban 4.500N selama 1 menit. Selanjutnya pelet disinter menggunakan *furnace Carbolite RHF* 1400 pada temperatur 1150°C agar terbentuk keramik yang padat.

### 3.3 Karakterisasi Pasir SiO<sub>2</sub>-MgO

#### 3.3.1 Pengujian XRD (*X-Rays Diffraction*)

Pengujian difraksi sinar-x dilakukan untuk mengetahui fasa-fasa kristalin apa saja yang terkandung di dalamnya. Difraktometer yang dipakai merupakan tipe X'Pert PRO dengan menggunakan difraksi sinar-x dari radiasi Cu-K $\alpha$ , pada

sudut  $10\text{--}55^\circ$  dan perlakuan *step size*  $0,04^\circ$ . Analisis awal yang digunakan dalam penelitian ini adalah analisis kualitatif yaitu identifikasi fasa yang terbentuk melalui pencocokan (*matching*) antara pola XRD terukur dengan model yang telah ada. Sekuensi 20-intensitas dan list hkl yang cocok antara pola XRD terukur dan model, mengindikasikan bahwa sampel yang didifraksi tersebut mengkristal dengan struktur yang dimiliki model, demikian juga dengan fasanya. Pencocokan dilakukan menggunakan perangkat lunak *Match!2*. Selanjutnya, analisis *Rietveld Refinement* dijalankan untuk menginvestigasi struktur kristal, sekaligus kuantifikasi fasa (% berat ataupun % volum) dengan menggunakan perangkat lunak *Rietica*.

### 3.3.2 Pengujian Ekspansi Termal

Pengujian ekspansi termal bertujuan untuk mengetahui koefisien ekspansi termal komposit pasir silika MgO. Pengujian dilakukan dengan menggunakan alat *Thermo Mechanical Analyser* (TMA) di Laboratorium Pusat Energi dan Rekayasa LPPM ITS. Pengujian dilakukan dari temperatur  $25^\circ\text{C}$  sampai  $1000^\circ\text{C}$  dengan laju kenaikan temperatur  $5^\circ\text{C}/\text{menit}$ . TMA mengukur perubahan panjang atau ketebalan material dalam fungsi suhu.

### 3.3.3 Pengukuran Sifat Fisik

Pengukuran sifat fisik diantaranya adalah diameter, porositas dan densitas sampel-sampel pada sinter suhu  $1150^\circ\text{C}$  dan setelah melalui perlakuan siklus termal sembilan kali. Pengukuran diameter menggunakan mikrometer skrup dengan ketelitian 0.01 mm. Pengukuran porositas dilakukan untuk mengetahui bagian porous pada sampel-sampel. Pengujian porositas mengacu metode Archimedes berdasarkan Australian Standard AS 1774,5 (*Australian Standard 1774*, n.d.). Sampel di panaskan hingga akuades mendidih. Setelah itu sampel ditimbang di dalam akuades untuk mendapatkan massa basah, kemudian sampel di bersihkan permukaannya hingga tidak ada air yang tersisa dan

ditimbang untuk mendapatkan massa saturasi. Setelah itu sampel di oven pada suhu 150°C selama 1 jam dan ditimbang untuk mendapatkan massa kering sampel. Dapat dilihat pada persamaan 3.1 dan 3.2 untuk menghitung porositas dan densitas sampel-sampel.

$$P_a = \frac{m_s - m_D}{m_s - m_i} \times 100 \quad (3.1)$$

$$D_{as} = \frac{m_D}{m_s - m_i} \times D_i \quad (3.2)$$

dengan  $m_d$  adalah massa kering sampel,  $m_s$  adalah massa saturasi setelah perebusan di akuades,  $m_i$  adalah massa sampel tercelup di aquadest dan  $D_i$  merupakan densitas cairan pada suhu selama pengujian dengan  $D_i = 997 \text{ kgm}^{-3}$ . Pengukuran densitas dan porositas dilakukan pada saat sinter suhu 1150°C dan selama terjadi silkus termal berulang.

### 3.3.4 Pengujian Mikrografi

Pengujian mikrografi dilakukan dengan menggunakan alat SEM (*Scanning Electron Microscopy*) Merk FEI, Type: *Inspect-S50* yang dilengkapi dengan EDX yaitu suatu alat yang dapat digunakan untuk menguji kandungan unsur pada bahan yang dilihat struktur permukaannya. Sebaran unsur didalam bahan juga dapat dideteksi berupa area permukaan, garis dan pemetaan. pertama yang harus dilakukan adalah preparasi sampel yang dilakukan dengan melapisi (*coating*) dengan emas putih (*palladium*) pada bagian permukaan yang akan dilakukan pengujian. Pelapisan ini disebut pelapisan konduktif (*Conductive Coating*) yang dimaksudkan untuk mencegah terjadinya akumulasi medan elektrik statis pada spesimen sehubungan dengan elektron irradiasi sewaktu proses penggambaran sampel. Pelapisan dilakukan pada tekanan 3 mbar/Pa dengan menggunakan gas Argon (Ar). Setelah melakukan preparasi sampel diuji dengan meletakkan pada cawan pada ruang vakum

SEM dengan pengoperasian menggunakan energi sebesar 10 kV. Perbesaran yang dipilih adalah 1.000×.

### **3.4 Analisis Kualitatif**

Analisis kualitatif digunakan untuk mengidentifikasi fasa, yaitu pencocokan data terukur dengan database berupa PDF (*Powder Diffraction File*) yang terdapat pada *software*. Pada penelitian ini menggunakan perangkat lunak *Match!2*

### **3.5 Analisis kuantitatif dengan metode Rietveld**

Metode *Rietveld* merupakan metode pencocokan pola difraksi terhitung dengan terukur melalui pendekatan kuadrat terkecil. Pola difraksi terhitung merupakan model pola difraksi yang dibuat berdasarkan data kristalografi. Sedangkan pola difraksi terukur merupakan pola difraksi yang berasal dari hasil eksperimen. Metode yang digunakan dalam analisis ini adalah metode kuadrat terkecil yaitu mencocokkan atau menghaluskan pola difraksi terhitung dengan pola difraksi terukur. Metode ini digunakan sebagai analisis kuantitatif pada sampel dengan menggunakan perangkat lunak *Rietica*.

Data informasi struktur dapat diperoleh dari database ICSD. Pola difraksi model dalam prosedur penghalusan Rietveld dapat dikatakan optimum bila besarnya S dari kudrat selisih antara plot pengamatan dengan pola terhitung berharga paling rendah.

$$S = \sum_i W_i (Y_{io} - Y_{ic})^2 \quad (3.3)$$

dengan  $W_i$  adalah faktor bobot untuk titik  $i$  yang ditetapkan sebagai nilai resiprokal variansi intensitas terhitung pada titik data ke- $i$ ,  $Y_{io}$  adalah intensitas terukur pada titik data ke- $i$ ,  $Y_{ic}$  merupakan intensitas terhitung pada data ke- $i$ . Tahapan analisis Rietveld dilakukan melalui beberapa langkah yang saling berkesinambungan. Pertama pengumpulan data difraksi sampel. Kedua, pengidentifikasi fasa dalam sampel dari data difraksi

eksperimen berdasarkan referensi (data ICDD/PDF) yang sesuai data kimia sampel. Ketiga, penyusunan model (pola terhitung). Keempat, penghalusan paramater-parameter hingga diperoleh selisih kuadrat terkecil antara pola difraksi eksperimen dengan pola terhitung. Analisis Rietveld pada penelitian ini dilakukan pada jangkau sudut 10-55°.

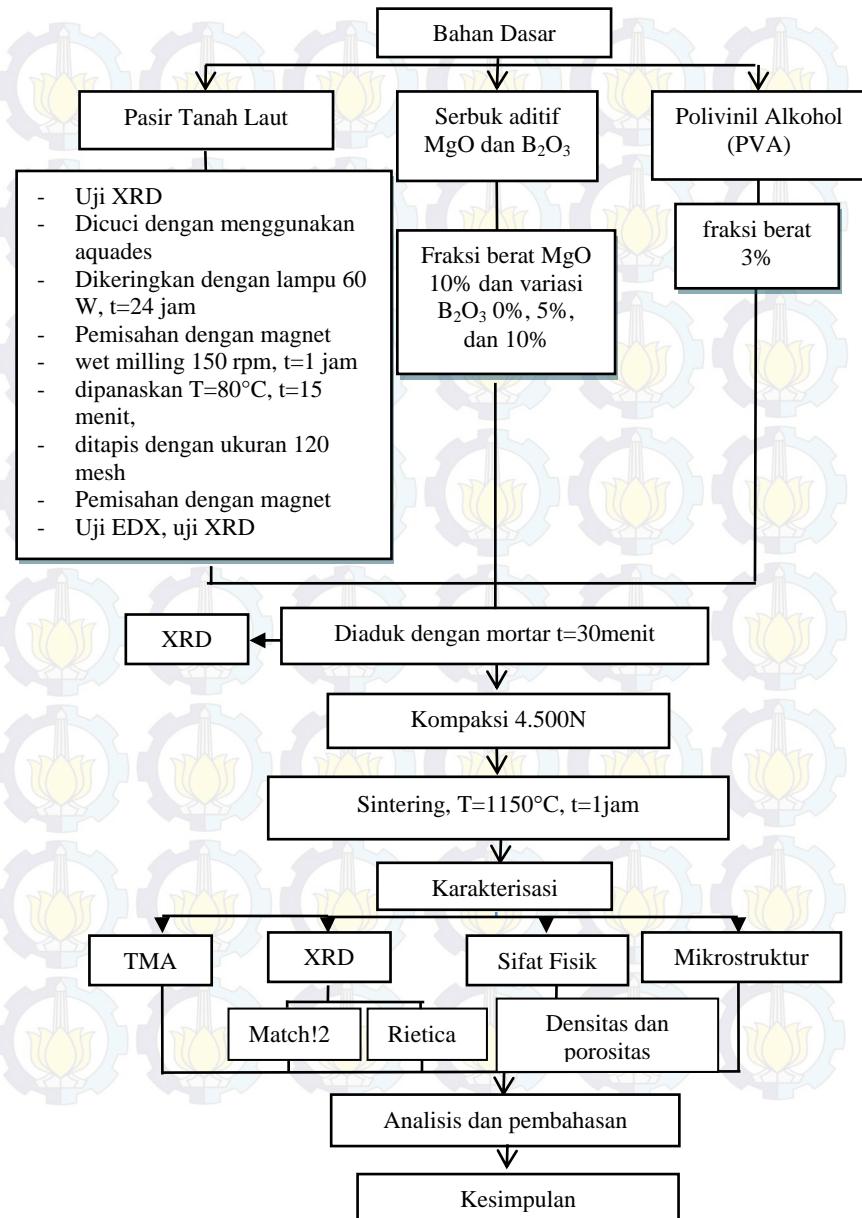
Hasil dari *refinement* dapat diterima bila telah memenuhi nilai-nilai dari indeks reabilitas ( $R$ ) yang terdiri dari *Figures of Merit* (FoM) yaitu *R-profile* ( $R_p$ ), *R-weighted profile* ( $R_{wp}$ ), *R-expected* ( $R_{exp}$ ) kurang dari 20%, dan *Goodness of Fit* (GoF) kurang dari 4%. Fungsi puncak yang digunakan dalam analisis ini adalah *Pseudo-Voigt* dan parameter-parameter yang direfine adalah *background* (B0,B1,B2,B3) *Sampel displacement*, *Lattice parameter*, *Phase scale*, *Overall thermal*, *U parameter*, *Gamma parameter* (*Gamma 0*, *Gamma 1* dan *Gamma 2*), dan *preferred orientation*.

Parameter keluaran hasil *refinement* dapat dimanfaatkan untuk menghitung komposisi masing-masing fasa dari sampel yang diuji. Metode yang digunakan untuk mengalisis komposisi fasa adalah metode ‘ZMV’ relatif dengan persamaan:

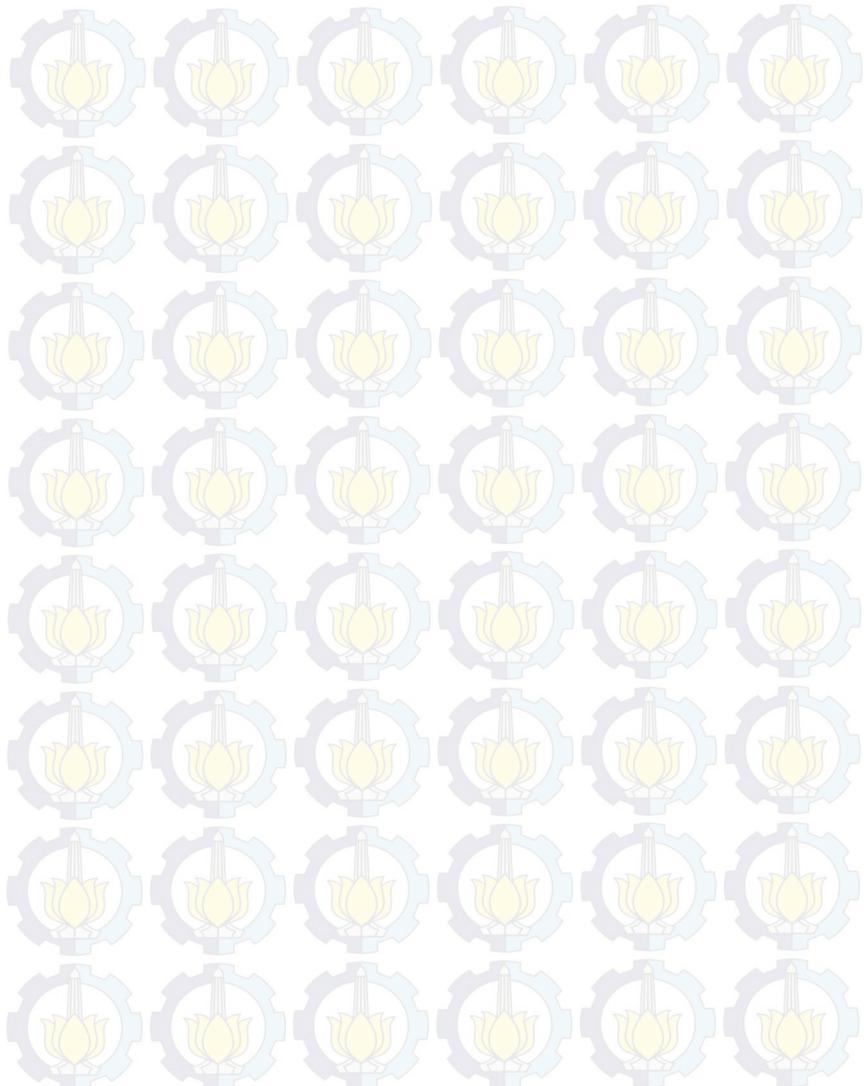
$$W_i = \frac{s_i(ZMV)_i}{\sum_{k=1}^n s_k(ZMV)_k} \quad (3.4)$$

dengan  $W_i$  fraksi berat relatif fasa  $i$  (%),  $s$  faktor skala *Rietveld*,  $Z$  adalah rumus kimia dalam sel satuan,  $M$  adalah berat fasa dan  $V$  adalah volum sel satuan.

### 3.5 Diagram Alir Penelitian



“Halaman ini sengaja dikosongkan”

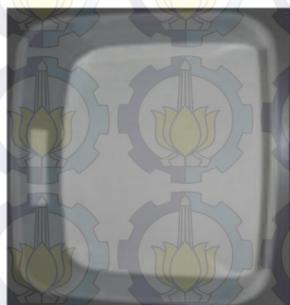


## BAB IV

### ANALISIS DATA dan PEMBAHASAN

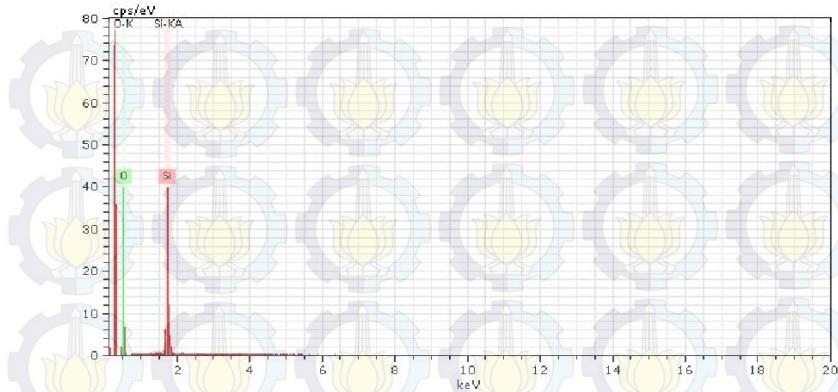
#### 4.1 Penyiapan Sampel

Bahan dasar diperoleh dari pasir Tanah Laut, Kalimantan Selatan. Pasir tersebut dibersihkan dengan akuades sebanyak empat kali, selanjutnya dikeringkan untuk menghilangkan unsur pengotornya. Agar didapatkan kemurnian silika yang tinggi, maka pasir tersebut diseparasi menggunakan magnet untuk menghilangkan kandungan Fe (besi) di dalamnya sehingga tampak berwarna putih terang seperti pada Gambar 4.1.



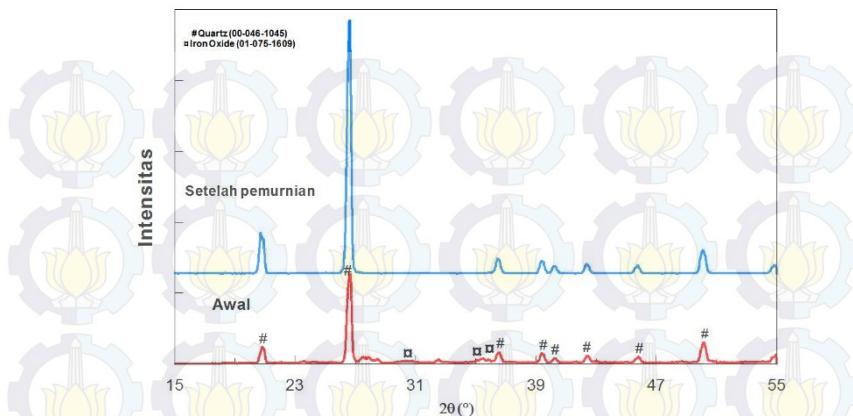
**Gambar 4.1** Pasir Tanah Laut setelah dicuci dan diseparasi dengan magnet.

Pasir tersebut kemudian digiling dengan metode *wet mixing* selama 1 jam untuk mengecilkan ukuran partikelnya serta pengotor yang masih tersembunyi di dalam pasir dapat dibersihkan. Setelah itu pasir dicuci kembali lalu ditapis dengan ukuran 120 mesh dan diseparasi kembali menggunakan magnet untuk menghilangkan kandungan Fe (besi) yang kemungkinan masih ada. Pasir yang telah disiapkan hingga tahap ini kemudian diuji EDX untuk mengetahui unsur-unsur di dalamnya. Dari hasil pengujian tersebut diperoleh kandungan unsur logam Si saja, seperti ditunjukkan pada Gambar 4.2.

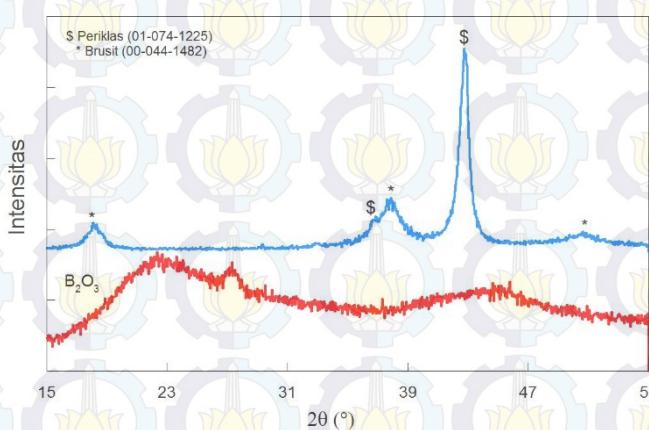


**Gambar 4.2** Hasil pengujian EDX sampel pasir Tanah Laut setelah pemurnian (pencucian-separasi magnet-penggilingan-pengayakan yang dilakukan berulang).

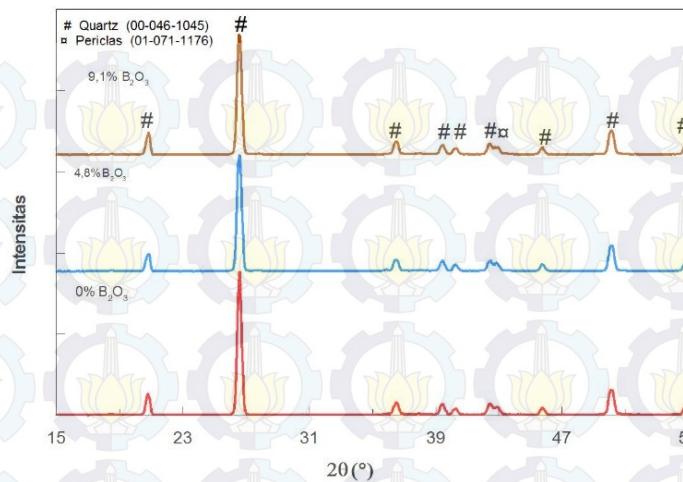
Pola-pola difraksi pasir sebelum dan sesudah dimurnikan ditunjukkan pada Gambar 4.3. Pasir sebelum pemurnian mengandung fasa-fasa pengotor, sementara pasir sesudahnya hanya mengandung  $\text{SiO}_2$  (kuarsa). Sementara itu, pola-pola difraksi serbuk aditif  $\text{MgO}$  (periklas) dan  $\text{B}_2\text{O}_3$  ditampilkan pada Gambar 4.4. Jika dilihat pada gambar tersebut  $\text{B}_2\text{O}_3$  terlihat berbentuk amorf karena memiliki lebar puncak yang besar, sedangkan pada serbuk  $\text{MgO}$  tampak kristalin dan memiliki komposisi fasa sebesar 77% (berat) periklas dan 23% brusit (Aristia, 2013).



**Gambar 4.3** Pola-pola difraksi sinar-x (radiasi Cu-K $\alpha$ ) dari pasir Tanah Laut awal dan setelah pemurnian.



**Gambar 4.4** Pola-pola difraksi sinar-x (radiasi Cu-K $\alpha$ ) dari serbuk aditif MgO dan B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.



**Gambar 4.5** Pola-pola difraksi sinar-x (radiasi Cu-K $\alpha$ ) campuran pasir  $\text{SiO}_2$ -MgO dengan penambahan  $\text{B}_2\text{O}_3$ .

Seruk campuran dengan  $\text{B}_2\text{O}_3$  0%, 4,8%, dan 9,1% (berat) memperlihatkan pola-pola difraksi seperti pada Gambar 4.5. Untuk membuat sampel berupa komposit maka campuran-campuran tersebut dipadatkan dalam bentuk silinder dengan tekanan 4.500 N dan disinter pada temperatur 1150°C dengan waktu penahanan 1 jam. Hasil sinter tersebut berupa pelet padat seperti ditunjukkan pada Gambar 4.6.

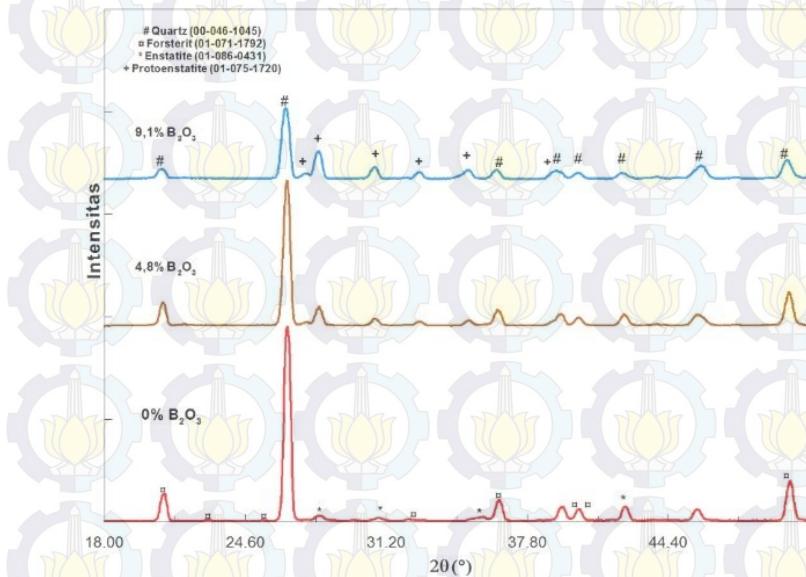


**Gambar 4.6** Wujud fisik keramik komposit  $\text{SiO}_2$ -MgO setelah sinter pada temperatur 1150°C selama 1 jam.

## 4.2 Analisis Kualitatif

Pola difraksi komposit keramik pada Gambar 4.5 tidak menunjukkan puncak  $B_2O_3$  karena bersifat amorf, sehingga puncak yang teridentifikasi hanya kuarsa dan periklas. Setelah komposit keramik tersebut disinter pada temperatur  $1150^\circ C$ , kemudian diuji XRD yang ditampilkan pada Gambar 4.7. Dari gambar tersebut terlihat bahwa pada sampel 0%  $B_2O_3$  teridentifikasi kuarsa, forsterit ( $Mg_2SiO_4$ ) dan enstatit ( $Mg_2(Si_2O_6)$ ), sedangkan pada 4,8% dan 9,1%  $B_2O_3$  fasa yang ditemukan adalah kuarsa, dan protoenstatit ( $MgSiO_3$ ).

Penambahan  $B_2O_3$  mengakibatkan penurunan titik leleh pada kuarsa (Wang et al., 2010) sehingga dapat mempercepat reaksi dengan forsterit untuk membentuk protoenstatit. Pembentukan protoenstatit pada sampel-sampel dengan  $B_2O_3$  dapat dijelaskan pada persamaan berikut.



**Gambar 4.7** Pola-pola difraksi sinar-x (radiasi Cu-K $\alpha$ ) keramik komposit SiO<sub>2</sub>-MgO dengan penambahan B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> tersinter  $1150^\circ C$ .



Forsterit terbentuk pada permulaan temperatur 800°C (Song et al., 2008), fasa tersebut mengakibatkan menurunnya periklas. Semakin tinggi temperatur sinter pada material akan menaikkan berat forsterit yang terbentuk, maka sesuai dengan pola difraksi Gambar 4.7, periklas sudah habis bereaksi dengan kuarsa. Selanjutnya ketika temperatur sinter sudah mencapai 1.000°C maka mulai terbentuk enstatit yang memiliki struktur orthorombik (Foster. 1951) yang terjadinya digambarkan pada Persamaan 4.2.



Akibat dari ditemukan enstatit maka kuarsa akan menurun, semakin tinggi temperatur sinternya semakin dominan pula enstatit yang dihasilkan. Pada kondisi ideal suhu sinter diatas 1.200°C akan terjadi reaksi seperti pada Persamaan 4.3.



Persamaan 4.3 menunjukkan perubahan fasa dari enstatit menjadi protoenstatit. Perubahan tersebut akan stabil pada temperatur 1.480°C (Foster, 1951). Penambahan  $\text{B}_2\text{O}_3$  menyebabkan ditemukannya protoenstatit pada temperatur sinter 1150°C, yang seharusnya dapat terbentuk pada suhu tinggi saja. Hal ini seperti yang dilaporkan (Kržmanc et al., 2011), komposisi  $\text{SiO}_2\text{-MgO-B}_2\text{O}_3$  mulai terbentuk  $\text{MgSiO}_3$  pada temperatur 800°C.

### 4.3 Analisis Kuantitatif

Sampel disinter pada temperatur 1150°C sehingga menghasilkan analisis seperti pada Tabel 4.5. Analisis kuantitatif data difraksi menurut fraksi berat relatif hasil keluaran perangkat lunak *Rietica* menunjukkan bahwa ketika prosentase  $\text{B}_2\text{O}_3$  ditingkatkan maka nilai fraksi berat relatif protoenstatit ikut meningkat.

**Tabel 4.1** Nilai parameter kecocokan hasil penghalusan pola difraksi komposit keramik  $\text{SiO}_2\text{-MgO}$  temperatur sinter  $1150^\circ\text{C}$  dengan penambahan  $\text{B}_2\text{O}_3$  0%, 4,8%, dan 9,1% menggunakan metode rietveld.

Sampel	Parameter Kecocokan				Fraksi berat relatif (%)			
	$GoF$ (%)	$R_p$ (%)	$R_{wp}$ (%)	$R_{exp}$ (%)	Quartz	Enstatite	Forsterite	Protoenstatite
0% $\text{B}_2\text{O}_3$	2,6	9,9	13,9	8,6	73,8 (20)	16,9 (10)	9,3 (15)	-
4,8% $\text{B}_2\text{O}_3$	2,1	9,0	12,5	8,6	59,1 (13)	-	-	40,9 (9)
9,1% $\text{B}_2\text{O}_3$	2,5	10,6	14,3	9,1	22,6 (10)	-	-	77,4 (44)

### 4.3 Analisis Sifat Fisik

#### 4.3.1 Dimensi

Pengukuran dimensi yaitu diameter dari material komposit keramik yang dibentuk pelet dan diukur diameternya menggunakan jangka sorong, untuk menganalisis sifat fisik akibat dari proses sinter yang menyebabkan terjadi perubahan pada material selama pemanasan temperatur  $1150^\circ\text{C}$ , yaitu perubahan morfologi, ukuran bentuk, peningkatan densitas dan juga ukuran pori. Data ukuran diameter setelah sinter dapat dilihat pada Tabel 4.2.

**Tabel 4.2** Dimensi silinder pada proses sinter temperatur  $1150^\circ\text{C}$ .

Sampel	Diameter (mm)	Penyusutan (%)
0% $\text{B}_2\text{O}_3$	1,31 (1)	1,4 (1)
4,8% $\text{B}_2\text{O}_3$	1,28 (1)	4,6 (1)
9,1% $\text{B}_2\text{O}_3$	1,27 (1)	5,4 (1)

Diamater awal silinder sebelum disinter sebesar 1,33(1) mm dan mengalami penyusutan (*shrinkage*) pada temperatur sinter  $1150^\circ\text{C}$ . Hasil maksimal penyusutan sekitar 5,4%, hal ini terjadi karena pada tahap awal sinter terjadi pemuaian partikel sehingga mengalami kontak permukaan antar butir dan terjadi difusi yang

mengurangi porositas komposit.  $B_2O_3$  dalam proses sinter akan meleleh pada temperatur  $450^\circ C$  (Wang et al., 2010) sehingga lelehan  $B_2O_3$  menutup pori-pori dari material tersebut dan terjadi penyusutan.

#### 4.3.2 Porositas dan Densitas

Analisis porositas dan densitas dilakukan dengan mengacu metode Archimedes berdasarkan Australian Standard AS 1774,5. Perhitungan dilakukan dengan menggunakan Persamaan 3.2 dan 3.3 sehingga didapatkan nilai densitas dan porositas masing-masing sampel pada Tabel 4.3.

Dapat dilihat pada sampel dengan fraksi berat  $SiO_2-MgO$  90:10 lalu penambahan  $B_2O_3$  0%, 4,8%, dan 9,1% didapatkan hasil porositas 40,4%, 20,2%, 17,1%, selain itu hasil densitasnya  $1,7 \text{ gr/cm}^3$ ,  $1,9 \text{ gr/cm}^3$ , dan  $1,9 \text{ gr/cm}^3$ .

Peningkatan densitas ini timbul karena pengaruh penambahan  $B_2O_3$ . Seperti dilaporkan sebelumnya, (Song et al., 2008) pada temperatur sinter  $1400^\circ C$  protoenstatit mulai meleleh sehingga mengalami degradasi pada struktur mikro dan meningkatkan nilai densitas komposit yang disusunnya.

**Tabel 4.3** Densitas dan porositas sampel-sampel komposit dengan sinter pada temperatur  $1150^\circ C$ .

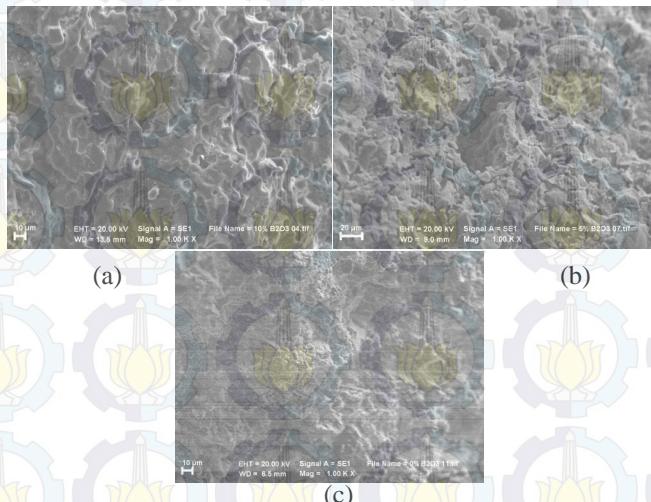
Sampel	$m_k$ (gr)	$m_b$ (gr)	$m_s$ (gr)	$D$ ( $\text{gr}/\text{cm}^3$ )	P(%)
0% $B_2O_3$	0,7839	0,5156	0,9653	1,7(1)	40,4(1)
4,8% $B_2O_3$	0,9551	0,5547	1,0567	1,9(1)	20,2(1)
9,1% $B_2O_3$	0,8482	0,9265	0,9265	1,9(1)	17,1(1)

Pada Gambar 4.4 kemunculan fasa baru akan meningkatkan densitas material tersebut karena nilai densitas dari enstatite  $3,1 \text{ gr}/\text{cm}^3$ , sedangkan forsterit memiliki densitas  $3,2 \text{ gr}/\text{cm}^3$ , protoenstatit memiliki densitas  $2,5 \text{ gr}/\text{cm}^3$ , dan periklas

memiliki densitas  $2,6 \text{ gr/cm}^3$ , jika dilihat dari nilai densitas teori penambahan  $\text{B}_2\text{O}_3$  mengakibatkan densitas material tersebut menurun karena memunculkan fasa protoenstatit yang nilai densitasnya lebih rendah jika dibandingkan dengan enstatit dan forsterit, akan tetapi penambahan  $\text{B}_2\text{O}_3$  mengakibatkan penurunan porositas karena pada proses sinter  $\text{B}_2\text{O}_3$  akan meleleh dan menutup pori-pori pada komposit  $\text{SiO}_2\text{-MgO}$ . Dengan demikian dapat dikatakan bahwa  $\text{B}_2\text{O}_3$  bahan aditif yang mampu menurunkan porositas pada komposit keramik  $\text{SiO}_2\text{-MgO}$ .

#### 4.4 Analisis Mikrografi

Analisis ini menggunakan alat SEM (*Scanning Electron Microscopy*). Gambar 4.5 menunjukkan perbedaan pada distribusi pori-pori dengan meningkatnya penambahan  $\text{B}_2\text{O}_3$  maka pori pada permukaannya akan tertutup karena pada proses sinter  $\text{B}_2\text{O}_3$  akan meleleh dan menutup pori-pori pada komposit tersebut, hal ini sesuai dengan pembahasan analisis sifat fisik pada subbab 4.3.



**Gambar 4.8** Hasil pengujian SEM material keramik komposit  $\text{SiO}_2\text{-MgO}$  pada perbesaran 1.000x (a) 9,1%  $\text{B}_2\text{O}_3$  (b) 4,8%  $\text{B}_2\text{O}_3$  (c) 0%  $\text{B}_2\text{O}_3$ .

#### 4.4 Analisis Ekspansi Termal

Nilai koefisien ekspansi termal dipengaruhi oleh jenis-jenis fasanya, pada komposit berbasis SiO<sub>2</sub>-MgO terbentuk beberapa fasa yang memiliki karakteristik nilai ekspansi termal tertentu yang bergantung pada struktur kristalnya.

Nilai koefisien ekspansi termal komposit dapat ditentukan dengan pendekatan *Rule of Mixing (RoM)*. Berdasarkan hasil analisis kuantitatif data XRD, fraksi berat relatif setiap fasa dapat diubah ke dalam fraksi volum dengan persamaan sebagai berikut.

$$\%Vol_1 = \frac{w_1}{\frac{\rho_1}{w_1 + w_2 + w_3 + w_4 + \dots}} \quad (4.6)$$

$$\alpha_k = \alpha_1 V_1 + \alpha_2 V_2 \dots + \alpha_i V_i \quad (4.4)$$

Dimana  $\%vol_1$  adalah fraksi volum yang dicari (pertama),  $w$  adalah fraksi berat relatif dan  $\rho$  adalah densitas masing-masing hasil keluaran. Sedangkan subskrip 1, 2, 3 dan 4 untuk membedakan fasa yang ada dalam komposit berbasis SiO<sub>2</sub>-MgO. Pada Persamaan 4.4,  $\alpha_k$  koefisien ekspansi termal komposit,  $\alpha_i$  koefisien ekspansi termal fasa ke  $i$ ,  $V_i$  fraksi volum fasa ke  $i$  (Armanios, 1997).

Selain dengan pendekatan *RoM* nilai ekspansi termal komposit dapat diketahui dari pengujian *Thermo Mechanical Analyzer* (TMA). Pada prinsipnya, pengujian TMA adalah melihat perubahan dimensi panjang sampel yang dipanasi pada jangkauan temperatur tertentu. Pengujian TMA dilakukan dari temperatur 25°C-1000°C dengan laju pemanasan 5°C/menit karena mengacu jangkauan operasi *seal fuel cell*.

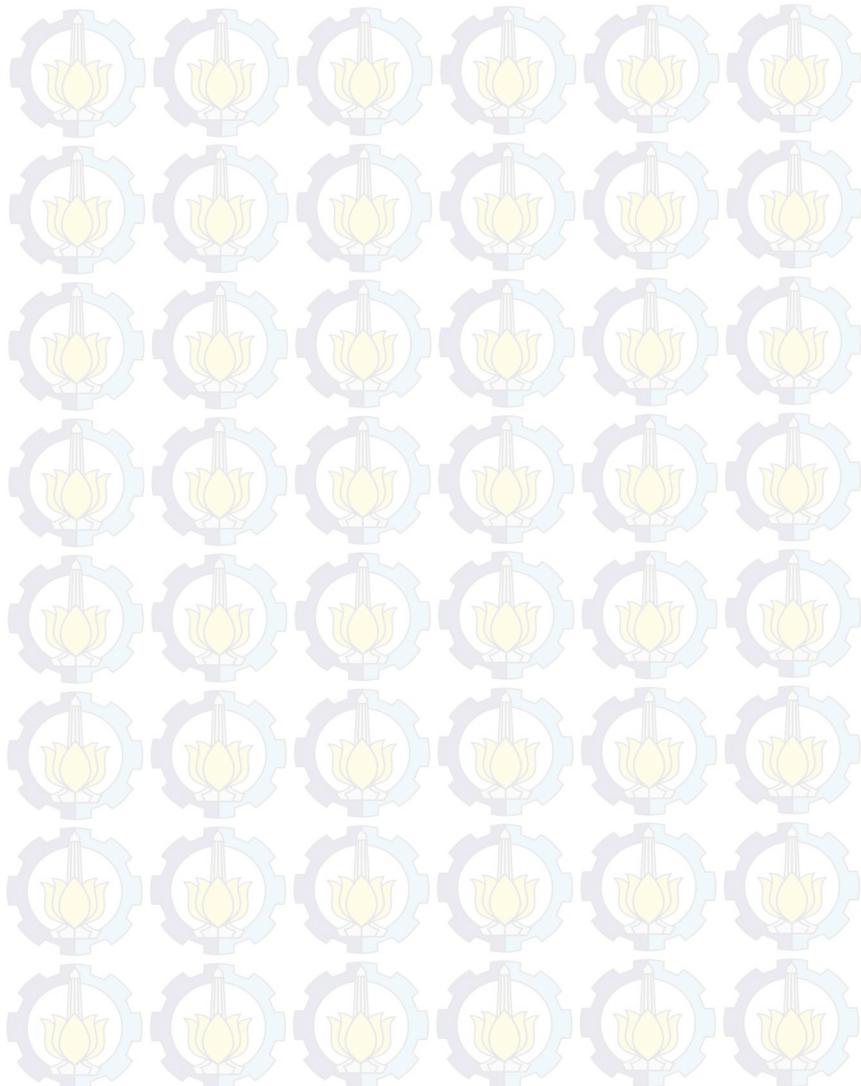
Dari Tabel 4.6, terlihat bahwa nilai KET pengujian TMA cenderung lebih besar daripada nilai KET perhitungan pada sampel. Hal ini diduga karena porositas komposit yang masih cukup besar berkisar 40% sehingga mempengaruhi nilai KET. Nilai KET perhitungan diasumsikan bahwa komposit dalam

keadaan tanpa poros di dalamnya. Tetapi untuk sampel dengan penambahan  $B_2O_3$  nilai KET dari pengujian TMA lebih rendah, hal ini disebabkan sampel tersebut mengalami penurunan porositas yang sesuai hasil uji porositas didukung citra SEM pada Gambar 4.8.

**Tabel 4.4** Perbandingan nilai KET berdasarkan pengujian TMA pada temperatur 25°C-1000°C dan metode *RoM* untuk sampel komposit pada temperatur sinter 1150°C.

No	Sampel	Koefisien Ekspansi Termal (ppm/°C)	
		<i>RoM</i>	TMA
1	0% $B_2O_3$	11,05	11,99
2	4,8% $B_2O_3$	10,65	9,00
3	9,1% $B_2O_3$	10,30	9,25

“Halaman ini sengaja dikosongkan”



## BAB V

### KESIMPULAN

#### 5.1 Kesimpulan

Dari penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan:

- a. Telah berhasil dilakukan pemurnian silika dari Pasir Tanah Laut dan sintesis komposit keramik berbasis pasir  $\text{SiO}_2\text{-MgO}$  dengan variasi penambahan  $\text{B}_2\text{O}_3$  pada temperatur sinter  $1150^\circ\text{C}$ , fasa-fasa yang terbentuk adalah
  - 73,8% kuarsa; 16,9% forsterit; dan 9,3% enstatit pada 0%  $\text{B}_2\text{O}_3$ ,
  - 59,1% kuarsa dan 40,9% protoenstatit pada 4,1%  $\text{B}_2\text{O}_3$ .
  - 22,6% kuarsa dan 77,4% protoenstatit pada 9,1%  $\text{B}_2\text{O}_3$ .

(semua komposisi dinyatakan dalam % berat).

Penambahan  $\text{B}_2\text{O}_3$  mengakibatkan perubahan komposisi fasa yaitu ditemukannya protoenstatit.

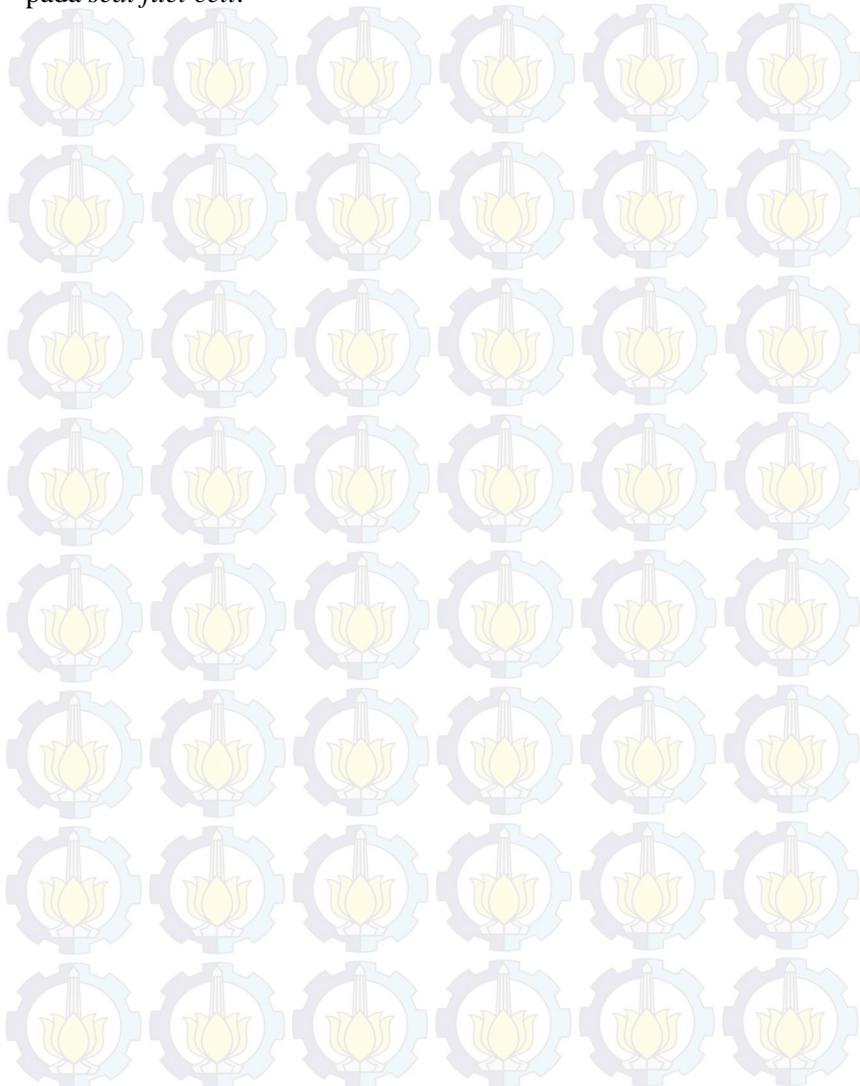
Fraksi berat relatif kuarsa semakin turun dengan meningkatnya komposisi  $\text{B}_2\text{O}_3$  pada komposit tersinter  $1150^\circ\text{C}$ .

- b. Penambahan  $\text{B}_2\text{O}_3$ , secara umum menurunkan porositas sekitar 23% dan menyusutkan diameter komposit sebesar
  - 1,4(1)% pada 0%  $\text{B}_2\text{O}_3$ ,
  - 4,6(1)% pada 4,8%  $\text{B}_2\text{O}_3$ ,
  - 5,4(1)% pada 9,1%  $\text{B}_2\text{O}_3$ .
- c. Nilai koefisien ekspansi termal (KET) terukur dari komposit-komposit keramik dengan dan tanpa  $\text{B}_2\text{O}_3$  berkisar antara 9,0-12,0 ppm/ $^\circ\text{C}$  dan masih dapat dikategorikan memenuhi syarat sebagai kandidat *Seal Fuel Cell*.

#### 5.2 Saran

Dari hasil penulisan tugas akhir ini disarankan untuk dilakukan proses siklus termal yang berulang agar diketahui

ketahanan dari material tersebut sehingga dapat diaplikasikan pada *seal fuel cell*.



## DAFTAR PUSTAKA

- Aristia, G., 2013. **Analisis Komposisi Fasa Komposit Pasir Silika dan MgO**. Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya.
- Armanios, E.A., 1997. **Composite Materials: Fatigue and Fracture (sixth Volume)**: [a Symposium Sponsored by ASTM Committee D-30 on High Modulus Fibers and Their Composites, Denver, Colorado, 16-18 May 1995]. ASTM International.
- Australian Standard 1774: **Refractories and Refractory Materials - Physical Test Methods: As 1774.13-1989: Permanent Dimensional Change** (Book), n.d.
- Chiang, Y.-M., Birnie, D.P., Kingery, W.D., 1996. **Physical Ceramics: Principles for Ceramic Science and Engineering**. Wiley.
- Basu, B., Balani, K., 2011. Frontmatter, in: **Advanced Structural Ceramics**. John Wiley & Sons, Inc., pp. i–xxvi.
- Foster, W.R., 1951. **High-Temperature X-Ray Diffraction Study of the Polymorphism of MgSiO<sub>3</sub>**. Journal of the American Ceramic Society 34, 255–259.
- Haines, P.J., 2002. **Principles of Thermal Analysis and Calorimetry**. Royal Society of Chemistry.
- Hakim, Y., 2013. **Kestabilan Sifat Fisik dan Fasa Komposit Keramik Pasir Silika-MgO**. Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya.
- Istiqomah, 2013. **Komposisi Fasa dan Ekspansi Termal Komposit Keramik Berbasis Pasir Silika-MgO**. Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya.
- Jung, I.-H., Decterov, S.A., Pelton, A.D., 2005. **Critical Thermodynamic Evaluation and Optimization of the CaO–MgO–SiO<sub>2</sub> System**. Journal of the European Ceramic Society 25, 313–333.

- Kržmanc, M.M., Došler, U., Suvorov, D., 2011. **The Nucleation and Crystallization of MgO–B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>–SiO<sub>2</sub> Glass**. Journal of the European Ceramic Society 31, 2211–2219.
- Lee, J.C., Kwon, H.C., Kwon, Y.P., Lee, J.-H., Park, S., 2007. **Porous Ceramic Fiber Glass Matrix Composites For Solid Oxide Fuel Cell Seals**. Colloids Surf. Physicochem. Eng. Asp. 300, 150–153.
- Mahapatra, M.K., Lu, K., 2010a. **Glass-Based Seals For Solid Oxide Fuel and Electrolyzer Cells – A Review**. Materials Science and Engineering: R: Reports 67, 65–85.
- Mahapatra, M.K., Lu, K., 2010b. **Seal Glass For Solid Oxide Fuel Cells**. Journal of Power Sources 195, 7129–7139.
- Menard, K.P., Menard, K.P., 1999. **Dynamic Mechanical Analysis: A Practical Introduction**. CRC Press.
- Riga, A.T., Neag, C.M., 1991. **Materials characterization by thermomechanical analysis**. ASTM International.
- Wang, H., LI, G., LI, B., Zhang, X., Yan, Y., 2010. **Effect of B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> on Melting Temperature of CaO-Based Ladle Refining Slag**. Journal of Iron and Steel Research, International 17, 18–22.
- Widodo, 2011. **Sintesis dan Karakterisasi Nanosilika Pasir Bancar dengan Metode Alkali Fusion Menggunakan Kalsium Hidroksida (KOH)**. ITS Library 0.

## **DAFTAR LAMPIRAN**

Lampiran A	Data ICSD untuk Kuarsa, Periklas, Forsterit, Enstatit, dan Protoenstatit .....	37
Lampiran B	Pola Hasil Penghalusan pada Perangkat Lunak <i>Rietica</i> .....	45
Lampiran C	Keluaran Penghalusan Menggunakan <i>Rietica</i> .	49

## LAMPIRAN A Data ICSD / COD

### A. Data ICSD untuk kuarsa ( $\text{SiO}_2$ )

COL ICSD Collection Code 63532

DATE Recorded Dec 19, 1988; updated Dec 19, 1999

NAME Silicon oxide

MINR Quartz

FORM Si O2

= O2 Si

TITL Crystal structures of quartz and magnesium germanate by profile

analysis of synchrotron-radiation high-resolution powder data.

REF Journal of Applied Crystallography

JACGA 21 (1988) 182-191 Issue 2

AUT Will G. Bellotto<sup>y</sup>M, Parrish<sup>y</sup>W, Hart<sup>y</sup>M

CELL a=4.912(0) b=4.912 c=5.404(0)  $\alpha$ =90.0  $\beta$ =90.0  $\gamma$ =120.0

V=112.9 Z=3

SGR P 32 2 1 (154) - trigonal

CLAS 32 (Hermann-Mauguin) - D3 (Schoenflies)

PRS hP9

ANX AX2

PARM Atom\_\_No OxStat Wyck ----X-----Y-----Z-----  
---- -SOF-

Si 1 4.000 3a 0.4704(4) 0. 2/3

O 1 -2.000 6c 0.4136(6) 0.2676(6) 0.7857(5)

WYCK c a

TF Atom  $\bar{a}$ (1,1)  $\bar{a}$ (2,2)  $\bar{a}$ (3,3)  $\bar{a}$ (1,2)  $\bar{a}$ (1,3)  $\bar{a}$ (2,3)

Si 1 0.0059 0.0034 0.0043 0.0017 -0.0010 -0.0020

(7) (10) (8) (5)

O 1 0.0080 0.0090 0.0090 0.0120 -0.0020 0.0000

(20) (30) (20) (30) (30) (20)

REM SNP (synchrotron radiation, powder diffraction)

REM M PDF 46-1045

RVAL 0.016

**B. Data ICSD untuk Periklas (MgO)**

COL ICSD Collection Code 9863  
 DATE Recorded Jan 1, 1980; updated Jan 19, 1999  
 NAME Magnesium oxide  
 MINR Periclase  
 FORM Mg O= Mg O  
 TITL X-ray determination of electron-density  
 distributions in  
 oxides, Mg O, Mn O, Co O, and Ni O, and atomic scattering  
 factors of their constituent atoms  
 REF Proceedings of the Japan Academy  
 PJACA 55 (1979) 43-48  
 AUT Sasaki S, FujinoÿK, TakeuchiÿY  
 CELL a=4.217(1) b=4.217(1) c=4.217(1)  $\alpha=90.0$   $\beta=90.0$   
 $\gamma=90.0$   
 V=75.0 D=3.56 Z=4  
 SGR F m -3 m (225) - cubic  
 CLAS m-3m (Hermann-Mauguin) - Oh (Schoenflies)  
 PRS cF8  
 ANX AX  
 PARM  
 AtomNo OxStatWyck -----X-----Y-----Z-----SOF-  
 Mg 1 2.000 4a 0. 0. 0.  
 O 1 -2.000 4b 1/2 1/2 1/2  
 WYCK b a  
 ITF Mg 1 B=0.312  
 ITF O 1 B=0.362  
 REM M PDF 43-1022  
 RVAL 0.013

**C. Data ICSD untuk Forsterit ( $Mg_2SiO_4$ )**

Data 9000322

Publ author name 'Smyth, J. R.', 'Hazen, R. M.'

Publ section title

The crystal structures of forsterite and hortonolite at several temperatures up to 900 C

T = 900 C

Journal name full 'American Mineralogist'

Journal page 588-593

Journal volume 58

Journal year 1973

Chemical formula sum 'Mg<sub>2</sub> O<sub>4</sub> Si'

Chemical name mineral Forsterite

Space group IT number 62

Symmetry space group name Hall '-P 2c 2ab'

Symmetry space group name H-M 'P b n m'

Cell angle alpha 90

Cell angle beta 90

Cell angle gamma 90

Cell length a 4.795

Cell length b 10.355

Cell length c 6.060

Cell volume 300.892

Diffrrn ambient temperature 1173.15

Exptl crystal density diffrrn 3.106

COD chemical formula sum orig 'Mg<sub>2</sub> Si O<sub>4</sub>'

COD database code 9000322

AMCSD database code AMCSD#000033060

Symmetry equiv pos as xyz

x,y,z

x,y,1/2-z

-x,-y,1/2+z

1/2+x,1/2-y,1/2+z

1/2-x,1/2+y,1/2-z

1/2-x,1/2+y,z

1/2+x,1/2-y,-z

-x,-y,-z

Atom site label

Atom site fract x

Atom site fract y

Atom site fract z

Atom site U iso or equiv

Mg1 0.00000 0.00000 0.00000 0.02242

Mg2 0.99240 0.27950 0.25000 0.02140

Si 0.42630 0.09430 0.25000 0.01216

O1 0.76310 0.09140 0.25000 0.02014

O2 0.21780 0.44970 0.25000 0.01773

O3 0.28430 0.16290 0.03590 0.02178

#### D. Enstatit ( $\text{MgSiO}_3$ )

data\_9000851

loop\_

\_publ\_author\_name

'Horiuchi, H.'

'Hirano, M.'

'Ito, E.'

'Matsui, Y.'

\_publ\_section\_title

;

$\text{MgSiO}_3$  (ilmenite-type): Single crystal X-ray diffraction study

;

\_journal\_name\_full 'American Mineralogist'

\_journal\_page\_first 788

\_journal\_page\_last 793

\_journal\_volume 67

\_journal\_year 1982

\_chemical\_formula\_sum ' $\text{Mg O}_3 \text{ Si}$ '

\_chemical\_name\_mineral Akimotoite

\_space\_group\_IT\_number 148

\_symmetry\_space\_group\_name\_Hall '-R 3'

\_symmetry\_space\_group\_name\_H-M 'R -3 :H'

\_cell\_angle\_alpha 90

_cell_angle_beta	90
_cell_angle_gamma	120
_cell_length_a	4.7284
_cell_length_b	4.7284
_cell_length_c	13.5591
_cell_volume	262.537
_exptl_crystal_density_diffn	3.810
_[local]_cod_cif_authors_sg_H-M	'R -3'
_[local]_cod_chemical_formula_sum_orig	'Si Mg O3'
_cod_database_code	9000851
loop_	
_symmetry_equiv_pos_as_xyz	
x,y,z	
2/3+x,1/3+y,1/3+z	
1/3+x,2/3+y,2/3+z	
y,-x+y,-z	
2/3+y,1/3-x+y,1/3-z	
1/3+y,2/3-x+y,2/3-z	
-x+y,-x,z	
2/3-x+y,1/3-x,1/3+z	
1/3-x+y,2/3-x,2/3+z	
-x,-y,-z	
2/3-x,1/3-y,1/3-z	
1/3-x,2/3-y,2/3-z	
-y,x-y,z	
2/3-y,1/3+x-y,1/3+z	
1/3-y,2/3+x-y,2/3+z	
x-y,x,-z	
2/3+x-y,1/3+x,1/3-z	
1/3+x-y,2/3+x,2/3-z	
loop_	
_atom_site_aniso_label	
_atom_site_aniso_U_11	
_atom_site_aniso_U_22	
_atom_site_aniso_U_33	

```

_atom_site_aniso_U_12
_atom_site_aniso_U_13
_atom_site_aniso_U_23
Si 0.00535 0.00535 0.00531 0.00268 0.00000 0.00000
Mg 0.00849 0.00849 0.00550 0.00425 0.00000 0.00000
O 0.00578 0.00510 0.00745 0.00289 -0.00028 0.00028
loop_
_atom_site_label
_atom_site_fract_x
_atom_site_fract_y
_atom_site_fract_z
Si 0.00000 0.00000 0.15768
Mg 0.00000 0.00000 0.35970
O 0.32140 0.03610 0.24077

```

### E. Protoenstatit ( $\text{MgSiO}_3$ )

data\_9003432

loop\_

\_publ\_author\_name

'Thompson, R. M.'

'Downs, R. T.'

\_publ\_section\_title

;Model pyroxenes II: Structural variation as a function of  
tetrahedral

rotation model protoenstatite at 1360 K after Yang and Ghose  
(1995) with

O3-O3-O3 angle = 168.4 and model oxygen radius = 1.321 Note:

Atoms Mg, Si,

and O are assigned to atomic positions for convenience

;

\_journal\_name\_full

'American Mineralogist'

\_journal\_page\_first

614

\_journal\_page\_last

628

\_journal\_volume

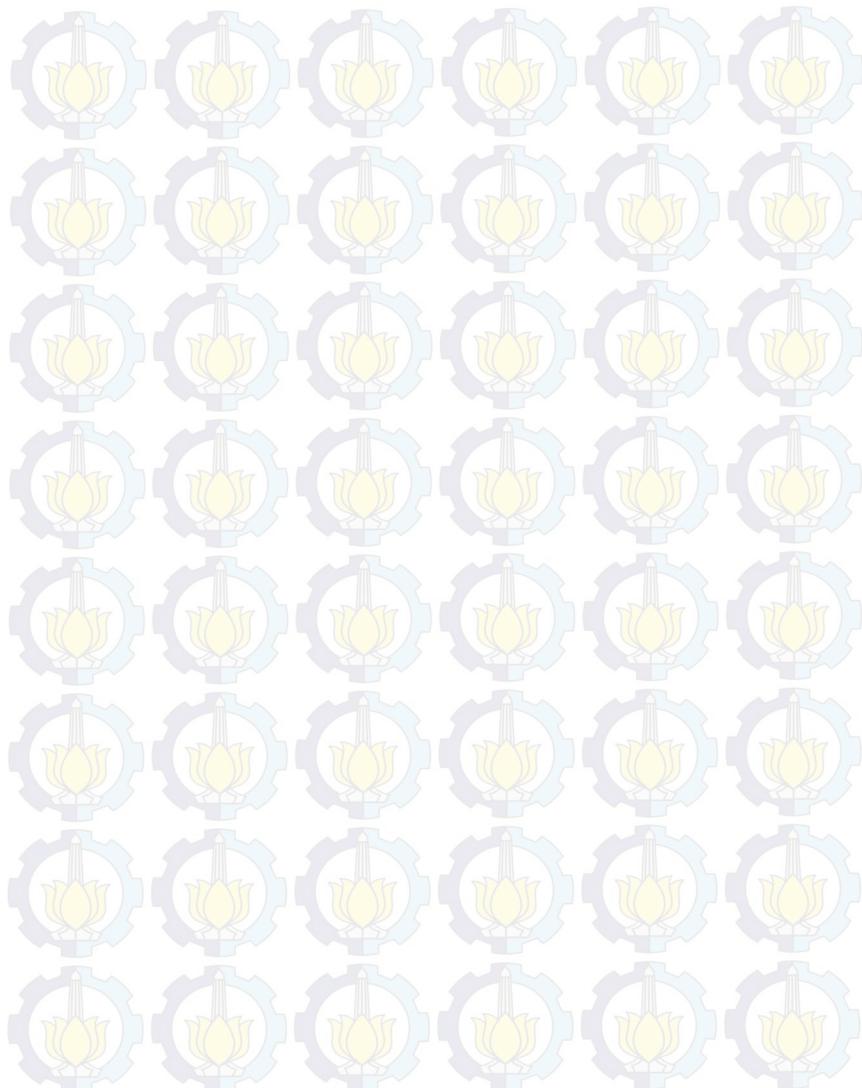
89

\_journal\_year

2004

\_chemical\_formula\_sum 'Mg O<sub>3</sub> Si'  
\_chemical\_name\_mineral Pyroxene-ideal  
\_space\_group\_IT\_number 60  
\_symmetry\_space\_group\_name\_H-M '-P 2n 2ab'  
\_symmetry\_space\_group\_name\_H-M 'P b c n'  
\_cell\_angle\_alpha 90  
\_cell\_angle\_beta 90  
\_cell\_angle\_gamma 90  
\_cell\_length\_a 9.268  
\_cell\_length\_b 9.102  
\_cell\_length\_c 5.255  
\_cell\_volume 443.298  
\_exptl\_crystal\_density\_diffn 3.008  
\_[local]\_cod\_chemical\_formula\_sum\_orig 'Mg Si O<sub>3</sub>'  
\_cod\_database\_code 9003432  
loop\_  
\_symmetry\_equiv\_pos\_as\_xyz  
x,y,z  
x,-y,1/2+z  
-x,y,1/2-z  
1/2-x,1/2+y,z  
1/2+x,1/2-y,-z  
1/2+x,1/2+y,1/2-z  
1/2-x,1/2-y,1/2+z  
-x,-y,-z  
loop\_  
\_atom\_site\_label  
\_atom\_site\_fract\_x  
\_atom\_site\_fract\_y  
\_atom\_site\_fract\_z  
Mg 0.00000 0.08333 0.75000  
Mg 0.00000 0.25000 0.25000  
Si 0.30820 0.08333 0.08333  
O1 0.13370 0.08333 0.08333  
O2 0.36630 0.25000 0.11260

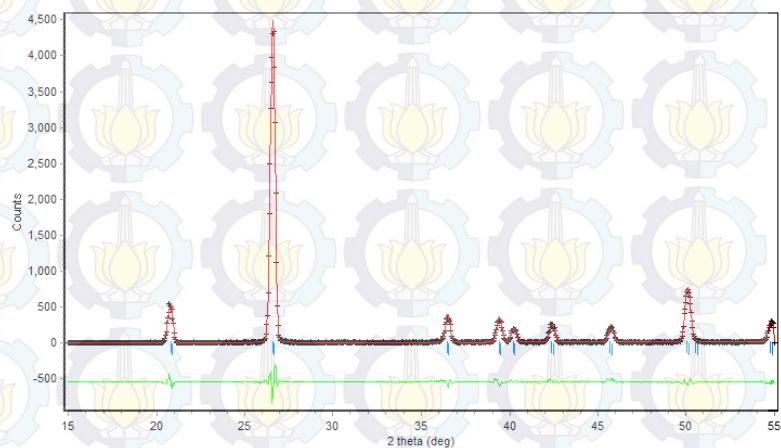
O3 0.36630 -0.01460 0.31870



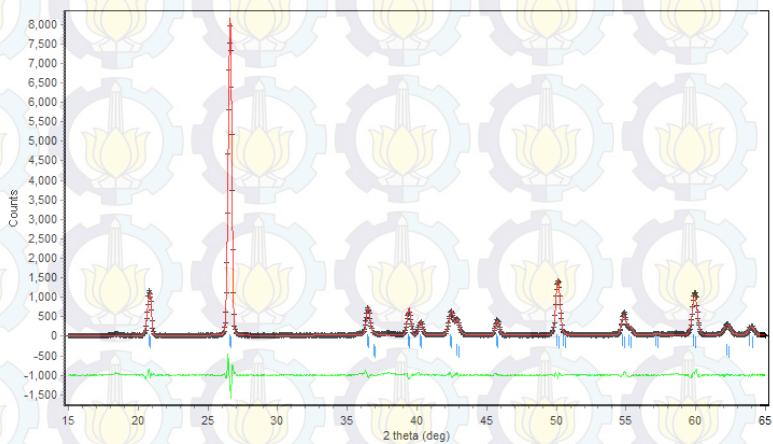
## LAMPIRAN B

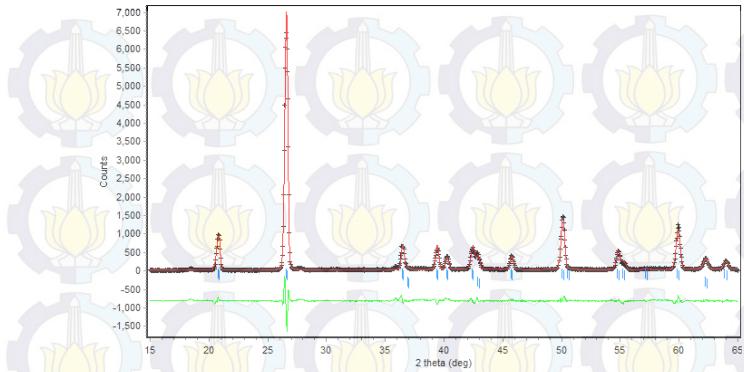
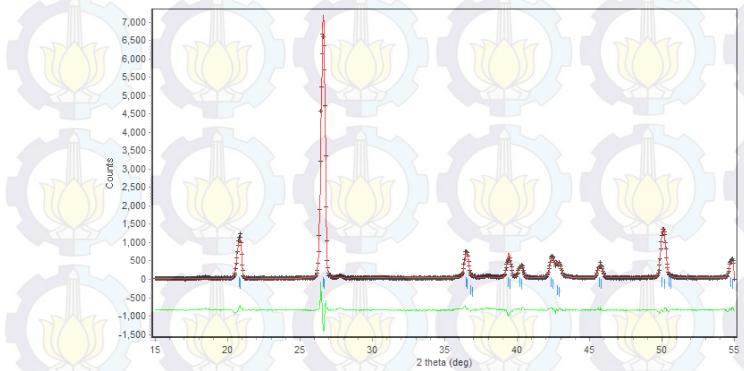
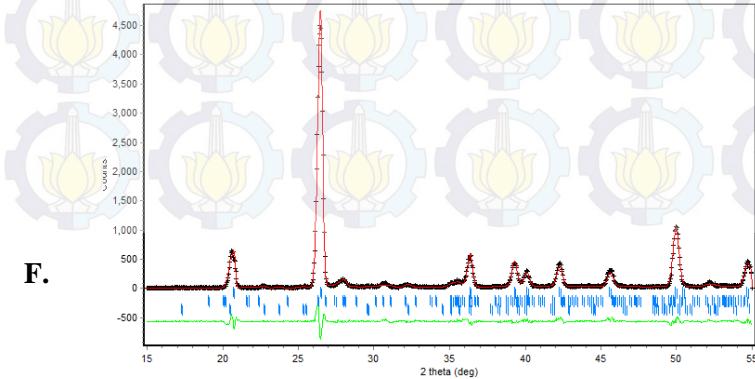
### Pola Hasil Penghalusan pada Perangkat Lunak *Rietica*

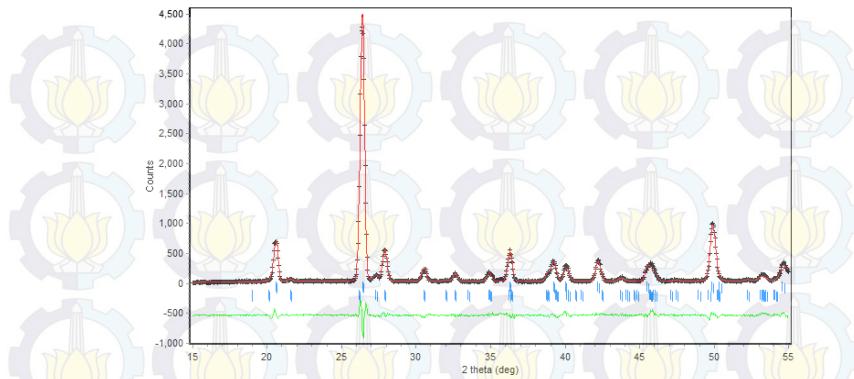
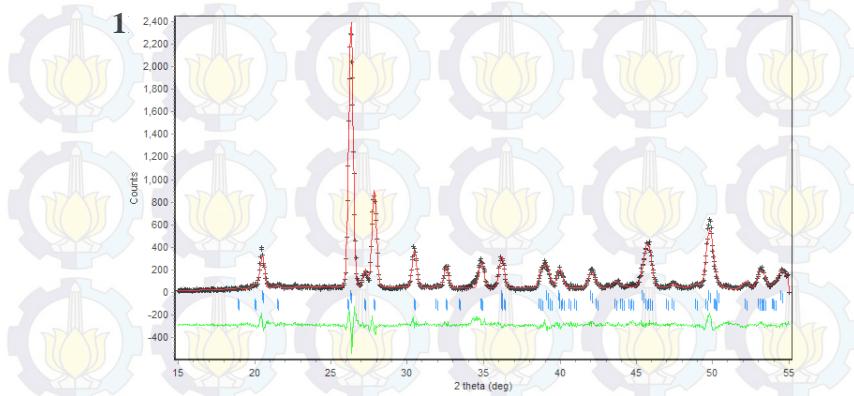
#### A. Pasir Tanah Laut awal



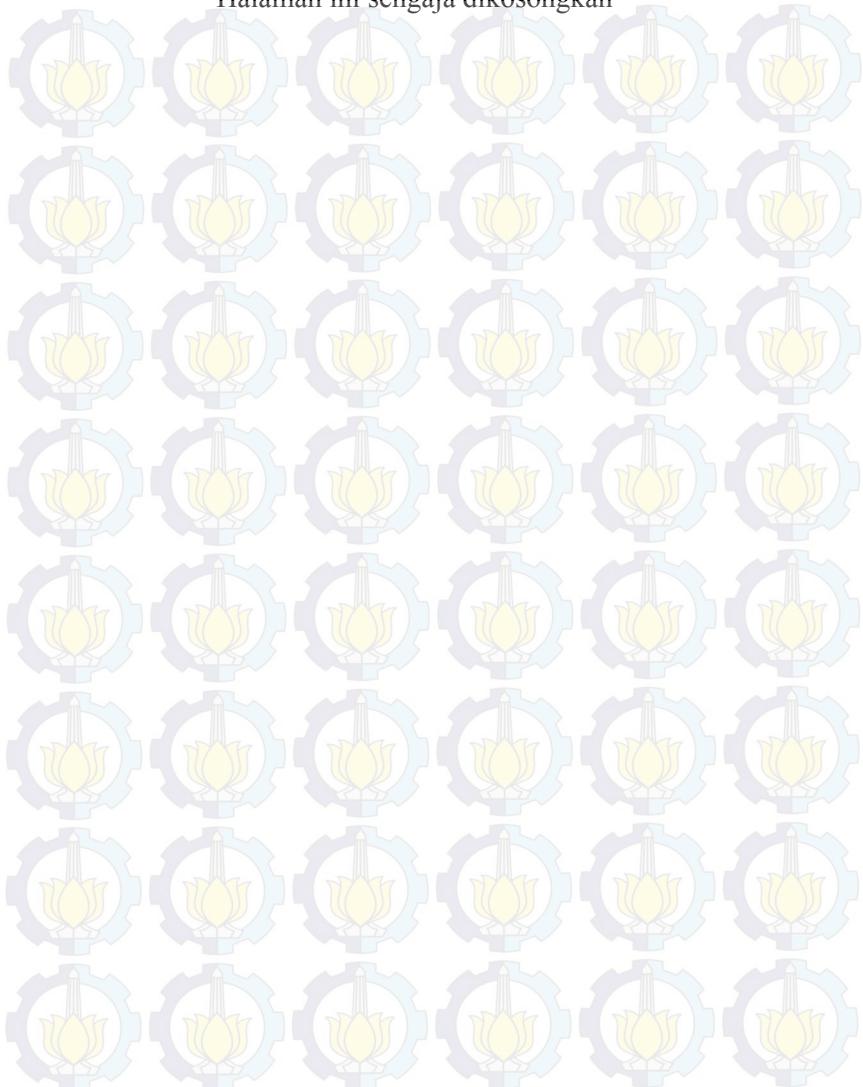
#### B. Komposit Keramik SiO<sub>2</sub>-MgO 0% B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>



**C. Komposit Keramik SiO<sub>2</sub>-MgO 5% B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>****D. Komposit Keramik SiO<sub>2</sub>-MgO 10% B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>****E. Komposit Keramik SiO<sub>2</sub>-MgO 0% B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Tersinter 1150°C**

**G. Komposit Keramik SiO<sub>2</sub>-MgO 5% B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Tersinter 1150°C****H. Komposit Keramik SiO<sub>2</sub>-MgO 10% B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Tersinter**

“Halaman ini sengaja dikosongkan”



## LAMPIRAN C

### Keluaran Penghalusan dengan Menggunakan *Rietica*

#### A. Keluaran Penghalusan Sampel Kuarsa

Parameter		Kuarsa ( $\text{SiO}_2$ )
		Value
FoM	Rp(%)	9,52
	Rwp(%)	15,07
	Rexp(%)	11,39
	GoF(%)	1,75
Back ground	B0	-4,4945 (9)
	B1	0,5173 (10)
	B2	-0,0022 (3)
	B3	-0,0003 (1)
Sample displacement		-0,21560
Phase scale factor		$3,1 \times 10^{-3}(5)$
Parameter kisi	a	4,93(1)
	b	4,93(1)
	c	5,42(1)
Cell volume		113,8(2)
Gam 0		0,09(1)
Density		2,629
U		0,47(1)
Asymmetry		0,145(2)
Derived Bragg R-factor		2,33

## B. Komposit Keramik Kuarsa-Periklas 0% B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

Parameter		Global parameter	Kuarsa (SiO <sub>2</sub> )	Periklas (MgO)
		Value	Value	Value
FoM	Rp(%)	10,00		
	Rwp(%)	20,78		
	Rexp(%)	11,79		
	GoF(%)	3,107		
Back ground	B0	-0,9870 (2)		
	B1	0,8871 (3)		
	B2	0,0017 (1)		
	B3	-0,0009 (1)		
Sample displacement		-0,1974		
Phase scale factor			65×10 <sup>-3</sup> (3)	16×10 <sup>-4</sup> (1)
Parameter kisi	a		4,92 (1)	4,21(1)
	b		4,92 (1)	4,21(1)
	c		5,41 (1)	6,21(1)
Cell volume			113,6 (2)	74,8(8)
Gam 0			0,25(1)	0,58(11)
Density			2,651	3,576
U			0,112 (9)	0,38 (5)
Asymmetry			0,145 (2)	0,69 (3)
Derived Bragg R-factor			1,76	1,31
% Molar			81,76 (20)	18,24 (13)
% Weight			86,99 (21)	13,01 (9)

### C. Komposit Kuarsa-Periklas 5% B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

Parameter		Global parameter	Kuarsa (SiO <sub>2</sub> )	Periklas (MgO)
			Value	Value
FoM	Rp(%)	11,34		
	Rwp(%)	16,11		
	Rexp(%)	8,08		
	GoF(%)	3,97		
Back ground	B0	65 (18)		
	B1	-7,6 (23)		
	B2	0,4 (1)		
	B3	-0,0005 (1)		
Sample displacement		-0.208		
Phase scale factor			5,8×10 <sup>-3</sup> (3)	1,4×10 <sup>-3</sup> (1)
Parameter kisi	a		4,92 (1)	4,22(1)
	b		4,92 (1)	4,22(1)
	c		5,42 (1)	6,22(1)
Cell volume			113,7 (1)	74,9(8)
Gam 0			0,14(1)	0,58(11)
Density			2,632	3,573
U			0,39 (1)	0,32 (7)
Asymmetry			0,16 (1)	0,66 (3)
Derived Bragg R-factor			2,34	1,33
% Molar			81,62 (24)	18,38 (15)
% Weight			86,87 (23)	13,13 (10)

### D. Komposit Keramik Kuarsa-Periklas 10% B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

Parameter		Global parameter	Kuarsa (SiO <sub>2</sub> )	Periklas (MgO)
		Value	Value	Value
FoM	Rp(%)	10,22		
	Rwp(%)	14,98		
	Rexp(%)	7,81		
	GoF(%)	3,67		
Back ground	B0	-24 (11)		
	B1	3,6 (11)		
	B2	-0,06 (4)		
	B3	-0,003 (4)		
Sample displacement		-0,209		
Phase scale factor			6,3×10 <sup>-3</sup> (8)	1,5×10 <sup>-3</sup> (1)
Parameter kisi	a		4,924 (1)	4,227(1)
	b		4,924 (1)	4,227(1)
	c		5,417 (1)	4,227(1)
Cell volume			113,74 (2)	75,51(3)
Gam 0			0,14(1)	0,82(14)
Density			2,632	3,543
U			0,48 (2)	0,86(18)
Asymmetry			0,14 (1)	0,02
Derived Bragg R-factor			3,63	2,20
% Molar			82,27 (15)	17,73 (9)
% Weight			87,37 (16)	12,63 (6)

**E. Komposit Keramik Kuarsa-Periklas 0% B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Tersinter 1150°C**

Parameter	Global parameter	Kuarsa (SiO <sub>2</sub> )	Enstatit (Mg <sub>2</sub> (Si <sub>2</sub> O <sub>6</sub> ))	Forsterit (Mg <sub>2</sub> SiO <sub>4</sub> )
	Value	Value	Value	Value
FoM	R <sub>p</sub> (%)	9,75		
	R <sub>wp</sub> (%)	13,52		
	R <sub>exp</sub> (%)	8,59		
	GOF(%)	2,48		
Background	B0	69(3)		
	B1	-7,2(1)		
	B2	0,27 (3)		
	B3	-0,0029(3)		
Sample displacement		0,048(7)		
Phase scale factor			4,3×10 <sup>-3</sup> (1)	1,4×10 <sup>-5</sup> (8)
Parameter kisi	a		4,914(1)	18,44(2)
	b		4,924(1)	8,76(1)
	c		5,417(1)	5,27(1)
Cell volume			113,8(1)	852,2(16)
Gam 0			0,097(1)	0,2
Density			2,630	3,129
U			0,74(2)	3,2(5)
Asymmetry			0,191(2)	0,29(5)
Derived Bragg R-factor			1,94	6,36
% Molar			93,0(21)	6,2(4)
% Weight			76,8(18)	17,2(10)
				6,2(8)

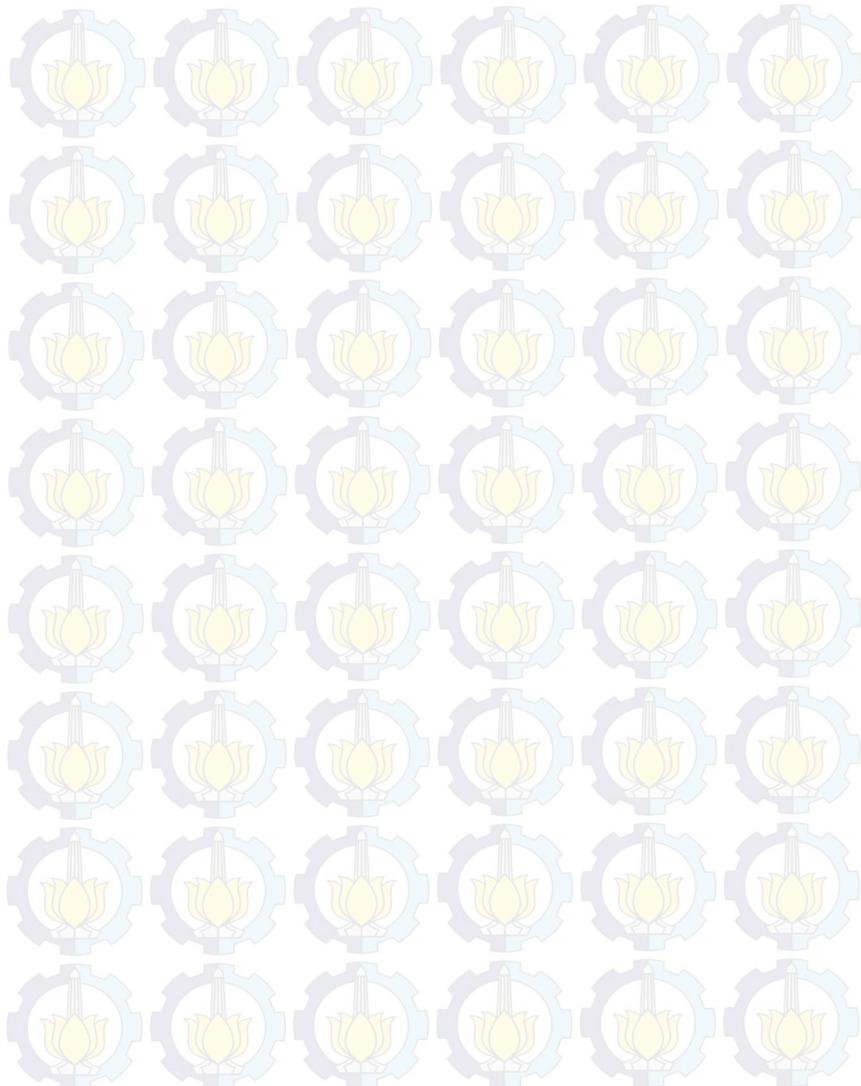
**F. Komposit Keramik Kuarsa-Periklas 5% B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Tersinter 1150°C**

Parameter		Global parameter	Kuarsa (SiO <sub>2</sub> )	Protoenstatit (MgSiO <sub>3</sub> )
		Value	Value	Value
FoM	Rp(%)	9,00		
	Rwp(%)	12,50		
	Rexp(%)	8,56		
	GoF(%)	2,13		
Back ground	B0	-112(9)		
	B1	13,7(9)		
	B2	-0,40 (3)		
	B3	-0,0040(3)		
Sample displacement		0,197		
Phase scale factor			3,9×10 <sup>-3</sup> (6)	2,0×10 <sup>-4</sup> (7)
Parameter kisi	a		4,926(1)	9,252(2)
	b		4,926(1)	8,748(3)
	c		5,416(1)	5,321(1)
Cell volume			113,8(1)	430,7(2)
Gam 0			0,09(1)	0,2
Density			2,629	2,466
U			0,76(2)	0,85(7)
Asymmetry			0,13	0,16(7)
Derived Bragg R-factor			2,09	2,96
% Molar			65,8(14)	34,2(12)
% Weight			59,1(13)	40,9(15)

## G. Komposit Keramik Kuarsa-Periklas 10% B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Tersinter 1150°C

Parameter	Global parameter	Kuarsa (SiO <sub>2</sub> )	Protoenstatit (MgSiO <sub>3</sub> )
	Value	Value	Value
FoM	Rp(%)	10,64	
	Rwp(%)	14,31	
	Rexp(%)	9,10	
	GoF(%)	2,47	
Back ground	B0	-126(10)	
	B1	15(1)	
	B2	-0,42 (3)	
	B3	-0,0038(3)	
Sample displacement		0,279	
Phase scale factor		16,9×10 <sup>-4</sup> (4)	4,3×10 <sup>-4</sup> (2)
Parameter kisi	a	4,937(1)	9,261(2)
	b	4,937(1)	8,750 (2)
	c	5,418(1)	5,329(1)
Cell volume		114,4(1)	431,8(2)
Gam 0		0,10(2)	0,2
Density		2,616	2,460
U		1,01(4)	0,80(5)
Asymmetry		0,129(4)	0,149(8)
Derived Bragg R-factor		1,74	2,98
% Molar		28,0(11)	72,0(40)
% Weight		22,6(10)	77,4(44)

“Halaman ini sengaja dikosongkan”



## BIODATA PENULIS



Penulis berasal dari kota Bangil, dan dilahirkan di kota yang sama pada 27 April 1992 dari pasangan Ja'far dan Wasilah. Penulis merupakan anak pertama dari dua bersaudara dan telah menempuh pendidikan formal di SD Muhammadiyah 2 Bangil, SMPN 1 Bangil, SMAN 1 Bangil. Penulis diterima di Jurusan Fisika FMIPA-ITS pada tahun 2009 melalui jalur SNMPTN dan terdaftar dengan NRP 1109100046. Sejak tahun kedua masa perkuliahan, penulis aktif dalam organisasi mahasiswa baik tingkat jurusan maupun institut. Beberapa organisasi yang sempat diikuti penulis yaitu sebagai staf Syiar Fosif ITS (2010-2011), staf KOMINFO HIMASIKA ITS (2010-2011), staf Syiar JMMI (2010-2011), dan ketua umum Gebyar Fisika HIMASIKA ITS (2012), staf KOMINFO HIMASIKA ITS (2010-2011). Penulis juga pernah aktif mengikuti berbagai kegiatan ilmiah seperti Program Kreativitas Mahasiswa, workshop, seminar tingkat nasional dan lain-lain. Waktu luang penulis sering diisi dengan kegiatan olah raga, ta'lim dan mendaki gunung. Akhir kata bila ada kritik dan saran kirim ke: [kijang21@yahoo.com](mailto:kijang21@yahoo.com).

*"Isy kariman aumutz syahidan"*